

Fortgeschrittenenpraktikum der Physik
Universität Ulm

Versuch: Raster-Tunnel-Mikroskopie

Sascha Wagner
sascha.wagner@wirtschaftsphysik.de

Andreas Birnesser
andreas.birnesser@wirtschaftsphysik.de

28. August 2002

Inhaltsverzeichnis

1	Theoretische Grundlagen	2
1.1	Der Tunneleffekt	2
1.2	Aufbau eines RTM	4
1.2.1	Einleitung	4
1.2.2	Piezo-Steuerung	5
1.3	Messmethoden des STM	6
1.3.1	Konstanter Tunnelstrom	6
1.3.2	Konstante Abtasthöhe	6
1.3.3	Modulierter Tunnelstrom	6
1.4	Regeltechnik	7
1.5	Präparation der Spitze	7
1.5.1	Schneiden oder Brechen	8
1.5.2	Ätztechnik	8
1.6	Probleme bei der Messung	8
1.6.1	Eigenfrequenzen	8
1.6.2	Isolation des Systems	8
1.6.3	Das Abtasttheorem	9
1.7	Möglichkeiten der Bildbearbeitung	9
1.7.1	Diskrete Fouriertransformation	10
1.7.2	FFT - Fast-Fourier-Transformation	10
1.7.3	Glättungsfilter	11
1.7.4	Rangordnungsfilter	11
1.8	HOPG	11
2	Versuchsbeschreibung	13
3	Versuchsauswertung	15
3.1	CD	15
3.2	HOPG	21
3.2.1	Auflösung von 10,0 nm auf 10,0 nm	21
3.2.2	Auflösung von 5,0 nm auf 5,0 nm	23
3.2.3	Auflösung von 2,0 nm auf 2,0 nm	25
3.2.4	Einzeichnen der Elementarzelle	27

1 Theoretische Grundlagen

1.1 Der Tunneleffekt

Im Gegensatz zur klassischen Betrachtung eines Teilchens, das auf einen Potentialwall zufließt und an diesem elastisch reflektiert wird, erlaubt es die Quantenmechanik, daß das Teilchen sehr wohl diesen Potentialwall “durchtunneln” kann. Der Tunneleffekt ist also ein rein Quantenphysikalisches Phänomen, zu dem es kein klassisches Analogon gibt. Wir betrachten nun vereinfacht einen endlich hohen, konstanten Potentialwall der Höhe V_0 und der Länge L in einer Dimension.

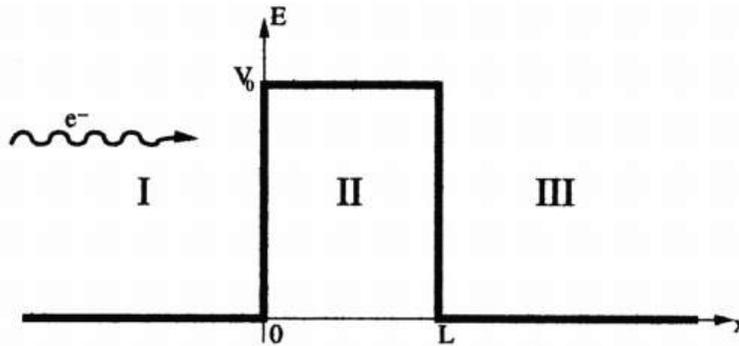


Abbildung 1: Idealisierter Potentialverlauf beim Tunneleffekt

Im Experiment ergibt sich für den Potentialverlauf nicht dieses idealisierte Bild. Allerdings ist es prinzipiell möglich die verschiedenen Gebiete des Potentialverlaufs, den Bereichen des Experiments zuzuordnen:

- I Potential der Probe
- II Austrittsarbeit der Probe
- III Potential der “Scanspitze”

Wir betrachten hier lediglich die zeitunabhängige Lösung der Schrödingergleichung, da wir annehmen, daß der Hamilton-Operator nicht explizit von der Zeit abhängt. Des weiteren setzen wir eine Energieerhaltung voraus, so dass in den Gebieten I und III die gleichen Energieeigenwerte des Hamilton-Operators realisiert sind. Deshalb genügt es die Lösungen für das Gebiet II und die Gebiete I und III gemeinsam zu betrachten. Der Hamiltonian ergibt sich somit in den Gebieten I und III zu:

$$\hat{H}_{I/III} = \frac{\hat{p}^2}{2m} \quad (1)$$

und in der Ortsraumdarstellung:

$$\hat{H}_{I/III} = -\frac{\hbar^2}{2m} \frac{d^2}{dx^2} \quad (2)$$

In den Gebieten I und III wird die Gleichung

$$\hat{H}\psi(x) = E\psi(x) \quad (3)$$

nach der Ersetzung des Hamiltonians zu:

$$\frac{d^2}{dx^2}\psi(x) = -k^2\psi(x) \quad (4)$$

Dabei definiert man:

$$k := \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}E} \quad (5)$$

Man erhält also für die Gebiete I und III, in welchen kein zusätzliches Potential auftritt eine Wellengleichung. Das bedeutet, dass die Lösungen dieser Wellengleichung im Bereich I, in dem wir Wellen in beiden Richtungen zulassen wollen, die nachfolgende Form besitzen:

$$\psi(x) = Ae^{ikx} + Be^{-ikx} \quad (6)$$

Im Bereich III sollen nur auslaufende Wellen gestattet sein. Das heißt es kommt keine Welle aus dem Unendlichen zurück.

$$\psi(x) = Ee^{ikx} \quad (7)$$

Im Gebiet II muß natürlich nicht nur die Energie des Elektrons berücksichtigt werden, sondern auch das von außen gegebene Potential. Daher ergibt sich für dieses Gebiet folgender Hamiltonian:

$$\hat{H}_{II} = \frac{\hat{p}^2}{2m} + V_0 \quad (8)$$

und in der Ortsraumdarstellung:

$$-\frac{\hbar^2}{2m} \frac{d^2}{dx^2} + V_0 \quad (9)$$

Im Gebiet II erhalten wir somit eine ähnliche Gleichung wie in den beiden anderen Gebieten.

$$\frac{d^2}{dx^2}\psi(x) = -\kappa^2\psi(x) \quad (10)$$

mit

$$\kappa := \sqrt{\frac{2m}{\hbar^2}(E - V_0)} \quad (11)$$

Allerdings ergibt sich eine grundlegende Änderung der Situation, wenn wir die weitere Rechnung nachvollziehen. Ist nun nämlich die Energie $E > V_0$, so werden die Teilchen erwartungsgemäß durch das Potential gebremst, setzen ihren Weg aber bis $x = \infty$ fort. Wir erhalten hier als Lösung ebenfalls eine Wellengleichung.

Ist nun aber $E < V_0$, so sollte nach klassischer Rechnung kein Teilchen die Barriere passieren können. Die quantenmechanische Rechnung führt allerdings zu folgender Lösung:

$$\psi(x) = Ce^{\kappa x} + De^{-\kappa x} \quad (12)$$

Es bildet sich nun aber keine stehende Welle aus, sondern die Elektronen sind in der Lage in den Potentialwall einzudringen und ihn auch zu durchdringen. Wir haben also einen quantenmechanischen Effekt gefunden, der mit klassischen Mitteln nicht zu realisieren ist.

Die Koeffizienten A,B,C,D und E können über Stetigkeitsbedingungen an den Rändern der verschiedenen Gebiete bestimmt werden.

1.2 Aufbau eines RTM

1.2.1 Einleitung

Um Raster-Tunnel-Mikroskopie zu betreiben benötigt man zunächst einen stabilen, d.h. möglichst nicht schwingenden Untergrund wie eine schwere Steinplatte oder einen gedämpften Labortisch. Diese Basis muß gegen Membranschwingungen wie später noch beschrieben z.B. durch Gummischläuche abgeschirmt werden. Der eigentliche Aufbau der Tunneleinheit benötigt zum einen eine Grobsteuerung, um Probe und Spitze leichter, d.h. ohne Beschädigungen, austauschen zu können und zum anderen eine piezoelektronische Steuerung für die eigentliche Messung, bei der im Nanometer-Abstand eine Fläche weniger Quadratmikrometer gerastert werden soll. Ein möglicher Aufbau ist in folgender Abbildung zu sehen.

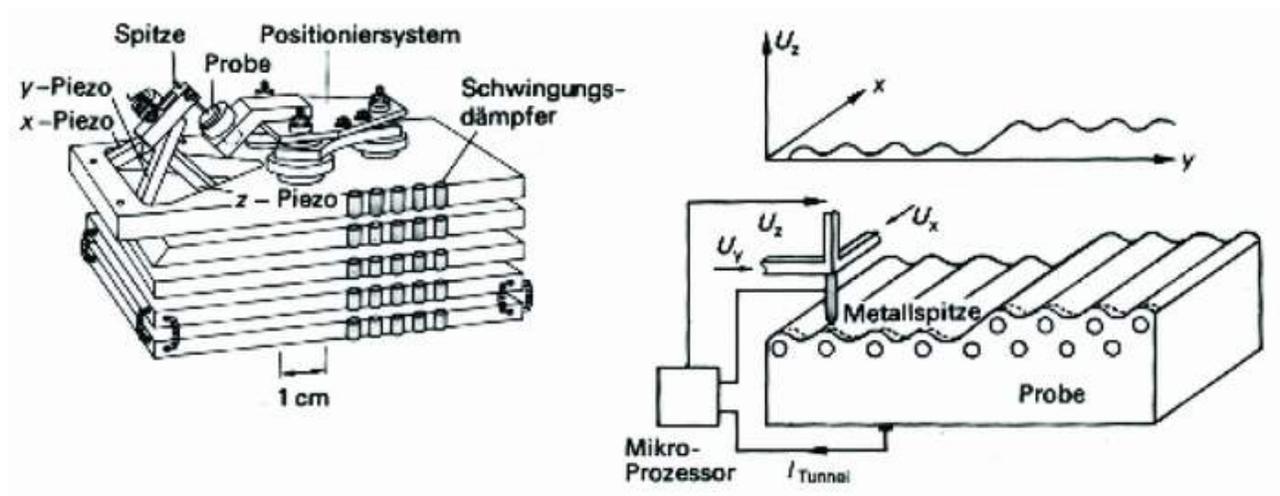


Abbildung 2: Aufbau RTM bei Messung mit konstantem Tunnelstrom

1.2.2 Piezo-Steuerung

Für die Feineinstellung wurde ein Piezo-Röhrchen benutzt, auf das innen und außen vier Anschlüsse aufgebracht waren. Durch Anlegen einer Spannung an alle vier Außenelektroden gegenüber der Innenelektrode kann die Länge eingestellt werden. Durch Anlegen einer einseitigen Spannung kommt es zu einer einseitigen Verlängerung des Röhrchens, welche eine Biegung zur Folge hat. Dadurch kann die Oberfläche in x,y und z Richtung abgetastet werden.

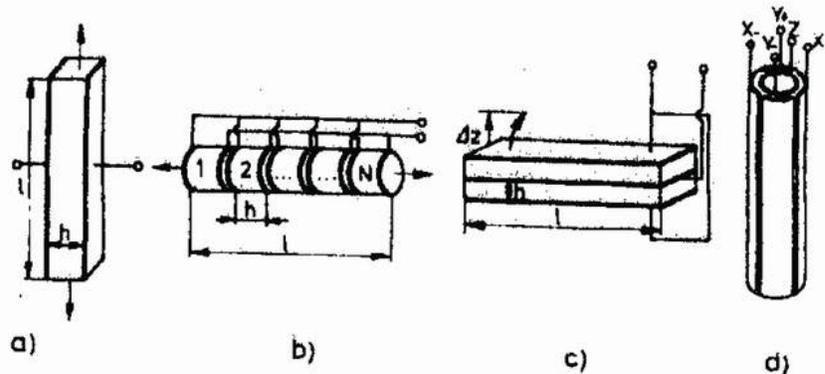


Abbildung 3: Piezoelemente

Nun sollen die Eigenschaften piezoelektrischer Kristalle grob erläutert werden, um ihre Vor- und Nachteile für ein Raster-Tunnel-Mikroskop (STM) abschätzen zu können. Der Piezoeffekt begründet sich im Entstehen von elektrischen Dipolen mikroskopischer Größenordnung durch mechanische Einwirkung. In einem neutralen Kristall werden durch mechanisches Verschieben der Ladungen in den Elementarzellen Dipolmomente erzeugt. Da dieser Effekt von der Kristallstruktur abhängt, ist er richtungsabhängig und somit durch einen Tensor beschrieben. Das Gitter wird aber nur deformiert, nicht verändert und somit bleibt das Volumen konstant. Wird ein Kristall in seiner Länge verändert, so ändert sich logischerweise auch seine Breite. Der Umkehreffekt dieses eigentlichen Piezoeffekts wird beim STM zur Steuerung eingesetzt.

Als Fehlerquellen spielen vor allem die Hysterese und die Relaxation eine Rolle. Die ideale Elastizität von Materialien ist in der Realität nicht vorhanden. Wird ein Piezo durch Anlegen einer Spannung verformt und diese Spannung wird abgeschaltet, so gelangt er erst nach einer gewissen Relaxationszeit wieder in seine Ausgangslage (meist nur kurze Zeiten, in seltenen Fällen aber sogar bis zu 10 min). Diese wird aber auch nicht erreicht, sondern es bleibt immer eine gewisse Restauslenkung (Hysterese) zurück, die erst durch Anlegen einer Gegenspannung kompensiert werden kann. Um gute Ergebnisse zu erhalten müssen also die Materialien gut aufeinander abgestimmt sein, damit Hysterese und Relaxation möglichst klein gehalten werden.

1.3 Messmethoden des STM

1.3.1 Konstanter Tunnelstrom

Die am häufigsten angewandte Messmethode ist die des konstanten Tunnelstroms. Die Spitze wird so nahe an die Oberfläche gebracht, bis ein bestimmter Tunnelstrom, der Sollstrom, fließt. Nun wird die Probe abgetastet und hierbei die Spitze immer so nachgefahren, daß der Tunnelstrom gleich dem Sollstrom ist. Gemessen werden somit die Abstände, mit denen die Spitze bewegt werden muß, um den konstanten Tunnelstrom zu gewährleisten. Das Nachführsignal liefert somit ein direktes Abbild der Oberfläche.

Probleme ergeben sich aus den kleinen Abmessungen und der möglichst instantanen Nachführung der Spitze. Durch die niedrige Spannung und den schwachen Tunnelstrom muß der Abstand zwischen Probe und Oberfläche sehr klein sein und auch exakt eingehalten werden.

1.3.2 Konstante Abtasthöhe

Bei dieser Messmethode wird nun die anfangs eingestellte Spitzenposition beibehalten und der sich ändernde Tunnelstrom gemessen. Dieser ist exponentiell vom Abstand abhängig, weshalb das Messsignal erst umgerechnet werden muß. Vorteile bietet diese Methode in der Geschwindigkeit der Rasterung. Zudem ist die Anordnung weniger störanfällig, da die Spitze nicht bewegt wird. Allerdings muß die Oberfläche möglichst eben sein, um vernünftige Messungen durchzuführen.

1.3.3 Modulierter Tunnelstrom

Abgesehen von den ersten beiden Messmethoden gibt es daraus noch weitere Kombinationen und Erweiterungen. Eine davon ist ein sinusförmig moduliertes Sollsignal für den Tunnelstrom. Vorteile bietet diese Methode bei inhomogenen Oberflächen. Diese Messmethode wird aber in der Praxis nicht sehr häufig angewandt.

1.4 Regeltechnik

Beim STM wird für die Mode des konstanten Tunnelstroms folgender Regelkreis verwendet:

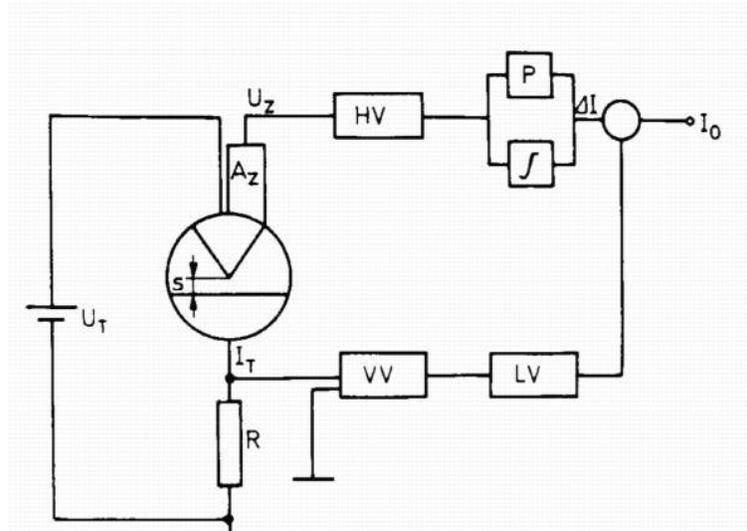


Abbildung 4: Schaltkreis für konstanten Tunnelstrom

Für die Mode des konstanten Tunnelstromes bedarf es folgender Regelung. Der Tunnelstrom wird mit dem Sollwert verglichen. Die Differenz wird verstärkt und bewirkt am Piezo eine Gegensteuerung, so dass der Tunnelstrom wieder dem Sollwert angeglichen wird. Die konkrete Umsetzung sieht das dann folgendermaßen aus.

Über einen Digital-Analog-Wandler wird die Tunnelspannung bereitgestellt. An einem Meßwiderstand kommt es zu einem Spannungsabfall der proportional zum Tunnelstrom ist. Dieses Signal wird dann in einem Vorverstärker und einem logarithmischen Verstärker verstärkt. Dieses Signal wird nun wiederum mit dem Sollsignal verglichen und in einem Proportional-Integral-Regler geregelt. Danach wird noch ein Hochfrequenzverstärker zwischengeschaltet, so dass das Signal für die Piezos geeignet ist. Hierbei ist noch wichtig, dass eine Rauschunterdrückung integriert ist, was direkt das Messergebnis verbessert.

1.5 Präparation der Spitze

Um eine geeignete Spitze für das Raster-Tunnel-Mikroskop zu erhalten, gibt es verschiedene Möglichkeiten. Wichtig ist bei allen, dass möglichst nur ein einzelnes Atom die Spitze der Spitze bildet, um den Tunneleffekt optimal und genau zu ermöglichen. Unterschiedliche Materialien erfordern eine unterschiedliche Präparation. Hier nun die Wichtigsten im Überblick.

1.5.1 Schneiden oder Brechen

Bei einem spröden Metalldraht, wie zum Beispiel Wolfram, reicht nicht ein einfacher Schnitt mit einer Schere, da die Schnittstelle zerspringen würde und somit die Spitze unbrauchbar wäre. In diesem Fall ätzt man die Spitze an, bricht sie ab, und hofft auf eine gute Spitze.

Bei einem sehr weichen Metall, wie das im Versuch verwendete Platin-Rhodium, kann das schräge Anschneiden mit einem Seitenschneider genügen. Der Draht wird zunächst stark eingeeengt und dann eher abgerissen. Durch gleichzeitiges reisen kann man verhindern, dass die Spitze nochmals mit dem Seitenschneider in Berührung kommt und dabei zerstört wird. Diese Technik haben wir im Versuch angewandt.

1.5.2 Ätztechnik

Bei einem Metalldraht kann man natürlich auch eine Spitze ätzen. Hierzu wird der unten beschwerte Draht in Natron- oder Kalilauge gebracht und zudem am Draht eine positive Spannung angelegt. Hierdurch wird an der Oberfläche angeätzt und durch das Eigengewicht reißt der Draht irgendwann ab. Optimalerweise wird er dann sofort mit Wasser gespült, so dass die Spitze nicht beschädigt wird.

1.6 Probleme bei der Messung

Wie man sich durch den Aufwand der Spitzenpräparation denken kann, darf die Spitze zu keiner Zeit in Kontakt mit der Oberfläche kommen. Dies erfordert bei wenigen Nanometern Abstand eine gute Abschirmung von Stößen und Schwingungen. Solche Schwingungen, die Amplituden in der Größenordnung von Mikrometer haben, sind Gebäudeschwingungen (Wind, Maschinen, laufende Personen) und akkustische Schwingungen. Damit es nicht zu Resonanzen kommt, muß das Dämpfungssystem so ausgelegt sein, dass seine Eigenfrequenz so gering wie möglich ist ($1 \dots 5 Hz$).

1.6.1 Eigenfrequenzen

Die durch den geometrischen Aufbau und die verwendeten Materialien der Tunneleinheit vorgegebenen Eigenfrequenzen liegen im allgemeinen zwischen 1 und 10 kHz. Zwar können diese Frequenzen kaum von außen angeregt werden, aber bei der Bewegung der Spitze über einer welligen Oberfläche kann es sehr wohl zu einem Aufschwingen der Spitze kommen. Daher ist ein Ziel bei der Fertigung einer RTM-Apparatur, durch niedrige bewegte Massen m und hochsteife Materialien (hohe Federkonstante k), die Eigenfrequenz $\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}$ der Apparatur sehr viel höher festzusetzen als die Frequenzen, die bei der Rasterung entstehen können.

1.6.2 Isolation des Systems

Äußere Schwingungen (z.B. Membranschwingungen) können sehr gut durch Lagerung der Tunneleinheit auf Materialien mit hoher Energiedissipation wie Gummischläuche oder Federn eliminiert werden. Soll nur noch ein Tausendstel der Schwingungsenergie bis zur Einheit durch-

dringen dürfen, sind z.B. 5 Lagen Gummischläuche (mit je 5% Energiedissipation) nötig, die jeweils durch Metall- oder Steinplatten getrennt aufeinanderliegen. Ohne die Zwischenschichten würden auch durch Hunderte Lagen nur 5% der Energie geschluckt. Die allererste verwendete Methode zur Vermeidung von Schwingungen war für diesen Versuch zwar übertrieben, zeigt aber das technisch Machbare. Man hatte die Tunneleinheit auf einer Platte befestigt, an deren Unterseite starke Permanentmagneten befestigt waren. Diese Platte wurde über einem mit Helium gekühlten Supraleiter schwebend gelagert. Das Schweben beruht dabei auf dem Magnetfeld der nach der Lenzschen Regel induzierten Kreisströme im Supraleiter. Störungen aus der Steuerelektronik können z.B. durch Hoch- und Tiefpaßfilter eliminiert werden.

1.6.3 Das Abtasttheorem

Wichtig für eine Bildaufnahme ist das sogenannte Abtasttheorem, welches besagt, dass eine Funktion $f(t)$ mit der oberen Grenzfrequenz ν_g mit mindestens der doppelten Frequenz ($2\nu_g$) abgetastet werden muß, um sie fälschungsfrei zu digitalisieren.

- Bildaufnahme: Die Bildinformation wird an den Gitterpunkten $x_{n,m}$ aufgenommen. Genauer gesagt wird die Intensität aus einem Bereich um diese Punkte aufgenommen und gleichmäßig über die Fläche gemittelt. Die Folge dieser Operation ist, dass das Bild geglättet wird, und dabei feine Details verloren gehen. Man spricht von der sogenannten Bandbegrenzung.
- Digitalisierung: Hier wird das geglättete Bild an den Gitterpunkten abgetastet und die Information außerhalb der Punkte geht damit verloren. Mathematisch gesehen entspricht dies der Multiplikation des Bildes mit einem zweidimensionalen Deltakamm (wird als reziprokes Gitter im Ortsfrequenzraum bezeichnet). Durch diese Faltung erhält man an jedem Gitterpunkt des reziproken Gitters eine Kopie des Spektrums.

Hieraus folgt nun das Abtasttheorem:

Ist das Spektrum so breit, dass sich Bereiche überlappen, wird dieser Teil des Spektrum verfälscht. Um eine Überlappung zu vermeiden, muß das Spektrum bandbegrenzt sein. Bei einem rechteckigen Gitter erhält man z.B. die Bedingung, dass die maximalen Wellenzahlen auf die Hälfte der Gittervektoren begrenzt sein müssen.

1.7 Möglichkeiten der Bildbearbeitung

Von der Tunneleinheit bekommt man ein Bild mit $x*y$ Pixel in verschiedenen Graustufen. Die Graustufen entsprechen einer Höhe z . Bei den Bildern tritt immer ein gewisses Rauschen auf. Dies kann mittels Bildbearbeitung reduziert oder eliminiert werden. Ebenso kann das Bild geschärft und spezielle Formationen können hervorgehoben werden. In der Software sind einige Filter integriert. Die wichtigsten werden im folgenden beschrieben.

1.7.1 Diskrete Fouriertransformation

Aufgrund der diskreten Bildpunkte aus der Tunneleinheit, können wir die zweidimensionale, diskrete Fouriertransformation anwenden. Diese Transformation ist unitär und in der Hin- und Rückrichtung eindeutig, d.h. keine Information geht durch die Transformation verloren. Mathematisch lautet die Formulierung

$$F_{u,v} = \frac{1}{MN} \sum_{m=0}^{M-1} \sum_{n=0}^{N-1} f_{m,n} \exp -2\pi i \left(\frac{mu}{M} + \frac{nv}{N} \right) \quad (13)$$

$$\Leftrightarrow f_{m,n} = \sum_{u=0}^{M-1} \sum_{v=0}^{N-1} F_{u,v} \exp 2\pi i \left(\frac{mu}{M} + \frac{nv}{N} \right) \quad (14)$$

Das Raster der aufgenommenen Bildpunkte kann so durch Matrizen gehandhabt werden, die jeweils aus mehreren Bildpunkten bestehen. Nach der Transformation können nun die nicht gewünschten hohen Frequenzen - bei hochfrequentem Rauschen - abgeschnitten werden und nur das eigentliche Signal wird danach rücktransformiert. Das Signal wurde somit vom Rauschen befreit. Dabei kann es aber auch vorkommen, dass man zu große Frequenzbereiche abschneidet und dadurch gewollte Informationen verloren gehen.

1.7.2 FFT - Fast-Fourier-Transformation

Die diskrete Fouriertransformation erfordert einen großen Rechenaufwand. Jeder transformierte Punkt entsteht durch die Multiplikation der jeweiligen Basisfunktionen mit den Matrixelementen. Das bedeutet die Transformation einer $M \times M$ - Matrix beispielsweise erfordert M^2 komplexe Multiplikationen und $M^2 - 1$ komplexe Additionen. Mit insgesamt M^4 komplexen Multiplikationen und $M^2(M^2 - 1)$ komplexen Additionen für diese diskrete Fouriertransformation ergibt sich nun ein hoher Zeitaufwand für die Rechnung. Jedoch ist sofort sichtbar, dass dieser Rechenaufwand proportional zu M^2 ist. Bei der Fast-Fourier-Transformation nutzt man dies aus und transformiert nicht jeden Punkt des Bildes, sondern zerlegt zunächst das Bild in "gerade" und "ungerade" Vektoren. Da sich nun die Transformation in zwei Schritte mit zwei Vektoren der Länge $M/2$ aufgeteilt hat bedeutet dies, dass sich der entsprechende Rechenaufwand von M^2 Operationen auf $2(M/2)^2 = M^2/2$ Operationen halbiert. Durch die iterative Fortsetzung dieser Halbierung der Vektoren bleibt schließlich ein Vektor der Länge 1 übrig. Die Transformation dieses Vektors der "trivialen Länge 1" bezeichnet man nun als triviale Transformation. Im Endeffekt wird also die Zerlegung solange wiederholt, bis nur noch triviale Transformationen nötig sind. Da der Rechner diese reduzierte Anzahl von Transformationen wesentlich schneller verarbeiten kann, ist diese Methode viel schneller als die gewöhnliche Fouriertransformation.

1.7.3 Glättungsfilter

Um leichtes Rauschen verschwinden zu lassen, gibt es noch eine einfachere Methode als die FFT, den sogenannten Glättungsfilter. Bei diesem Filter werden die Grauwerte der Bildpunkte auf einer vorgegebenen Fläche von z.B. 3×3 Pixeln gemittelt und danach wieder eingeschrieben. Ein großer Nachteil dieses Filters ist dabei, dass auch feine Strukturen somit verschwinden. Voraussetzungen sind hierbei:

- Verschiebungsfreiheit (Urbildlage = Bildlage)
- Mittelwerterhaltung (über das gesamte Bild)
- Isotropie in jeder Bildrichtung
- monoton fallende Transformationsfunktion, d.h. schwache Strukturen werden stärker geglättet

Ein Beispiel wäre der Rechteckfilter:

$$\begin{array}{cccc} 0 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 1 & 1 \\ 0 & 0 & 1 & 1 \end{array} \times \frac{1}{3}[1, 1, 1] = \begin{array}{cccc} 0 & \frac{1}{3} & \frac{2}{3} & 1 \\ 0 & \frac{1}{3} & \frac{2}{3} & 1 \\ 0 & \frac{1}{3} & \frac{2}{3} & 1 \end{array}$$

\Rightarrow aus einer Kante wird eine Rampe (bei mehrmaliger Anwendung wird auch diese eingeebnet)!
In dieser Situation versagt obiger Rechteckfilter:

$$\begin{array}{cccccc} 1 & -2 & 1 & 1 & -2 & 1 \\ 1 & -2 & 1 & 1 & -2 & 1 \\ 1 & -2 & 1 & 1 & -2 & 1 \end{array} \times \frac{1}{3}[1, 1, 1] = \begin{array}{cccccc} 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{array}$$

1.7.4 Rangordnungsfilter

Um beim Filtern nicht die feinen Strukturen zu verlieren, gibt es besser geeignete Filter z.B. den Medianfilter, bei denen nicht der mittlere, sondern ein bereits in der näheren Umgebung vorhandener Grauwert eingesetzt wird. Eine Grauwertanhebung durch extreme Ausreißer wird dabei verhindert und alle Kanten bleiben unverfälscht erhalten.

1.8 HOPG

HOPG steht für "Hoch Orientierter Pyrolytischer Graphit". Die Graphitoberfläche weist zwei nicht äquivalente Plätze für die Kohlenstoffatome auf. Kohlenstoffatome auf α -Plätzen haben direkte Nachbarn in der nächsten Graphit-Ebene, solche auf β -Plätzen nicht. Dadurch werden die Elektronen der β -Atome etwas mehr aus der Oberfläche heraus-, die der α -Atome etwas in den Graphit hineingezogen. Das STM bildet nun nur die etwas aus der Oberfläche herausragenden β -Atome ab, während die α -Atome als Gräben zwischen den β -Atomen erscheinen. Da der Abstand zwischen den β -Atomen mit $0,246nm$ sehr gut bekannt ist, werden diese Bilder sehr oft zur Eichung der Piezokeramiken verwendet.

Zwischen den einzelnen Schichten des Graphits wirken nur die relativ schwachen Van-der-Waals-Kräfte, so dass sich die Graphitschichten sehr leicht voneinander ablösen lassen. (Während innerhalb der Schicht Atombindungen für den "Zusammenhalt" sorgen.) Dies bedingt, dass sich HOPG-Proben sehr einfach mit einem Klebestreifen reinigen ("cleaven") lassen.

Die Struktur von diesem Graphit ist in folgendem Bild dargestellt:

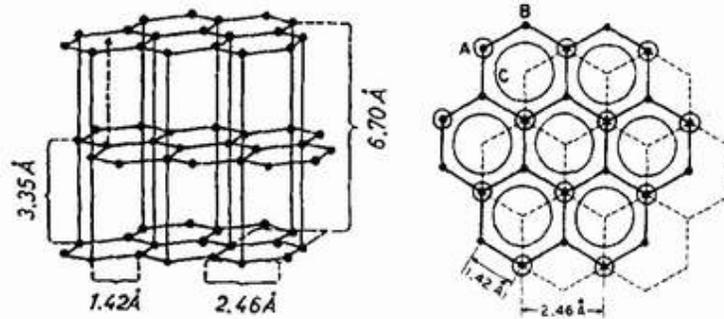


Abbildung 5: Links die Schichtstruktur von HOPG. Rechts die Oberfläche mit A- und B-Plätzen. A-Atome haben unter sich in der nächsten Schicht wieder ein Atom, unter B-Atomen ist ein Loch in der nächsten Schicht und erst in der übernächsten wieder ein Atom. Statt A- und B-Atomen wird auch meist von α - und β -Atomen gesprochen.

2 Versuchsbeschreibung

Für die Messungen wurde ein 'Burleigh Instructional STM' mit einer aktiven Schwingungsdämpfung vom Typ 'MOD1-M' verwendet.

Der Aufbau unserer Apparatur entspricht im wesentlichen der im Theorieteil beschriebenen. Die Piezos lassen sich über die Meßelektronik ansteuern. Zur Bildverarbeitung ist das STM an einen Rechner angeschlossen mit dem später auch die Bildbearbeitung vorgenommen wird. Einstellbare Größen an der Steuerung sind:

- die Tunnelspannung
- der SOLL-Tunnelstrom
- die Zeitverzögerung zwischen den einzelnen Zeilenrasterungen
- die gewünschte Vergrößerung des Bildausschnitts (76000 Å bis 30 Å)

Die Herstellung der Spitze erfolgte bei uns durch entsprechendes Schneiden und Ziehen eines Platin-Rhodium-Drahtes mit Hilfe einer Schere. Durch geeignetes Verformen des Drahtes mit einer Zange kann dieser in einer Halterung befestigt werden, die anschließend magnetisch haftend ins STM eingesetzt wird. Nach dem Einsetzen der Probe wird diese, zunächst manuell mit einem Steuerrad am STM selbst, per Augenmaß an die Spitze herangefahren. Die weitere Annäherung erfolgt automatisch durch die Elektronik im Steuergerät. Ist schließlich ein Tunnelkontakt zwischen Spitze und Probe hergestellt, so wird dies am Oszilloskop durch eine entsprechende Spannung sichtbar.

Vor jeder Messung muß der 'Scan Type' gewählt werden. Zur Wahl stehen hier 'unidirectional', was bedeutet, dass nur in einer Abtastrichtung gemessen wird, und 'bidirectional', bei der auch beim Rücklauf der Spitze Daten gesammelt werden. Wir haben bei allen unseren Messungen aufgrund der besseren Qualität den 'unidirectional Scan Type' gewählt.

Eine weitere wichtige Stellgröße ist der 'Delay' in s , mit dem geregelt wird, wie lange nach dem Scannen einer Zeile gewartet wird, bis mit dem Scannen der nächsten Zeile begonnen wird.

Zusätzlich stehen noch zwei verschiedene Aufnahmemoden zur Verfügung. Die Mode der konstanten Abtasthöhe und die Mode des konstanten Tunnelstromes. Wir machten sämtliche Aufnahmen in dem Modus des konstanten Tunnelstromes.

Die eigentliche Aufnahme der Bilder erfolgt nun vollautomatisch. Zur Nachbearbeitung der Bilder ermöglicht das PC-Programm einen Ebenenausgleich (Plane Removal), d.h. unter der Annahme, dass die Probe schräg eingebaut ist, wird eine schiefe Ebene von den Höhenwerten (Graustufen) abgezogen. Diesen Modus verwendeten wir bei nahezu allen Messungen, da schließlich die Struktur der Oberfläche bestimmt werden sollte.

Zur nachträglichen Bildbearbeitung stehen schließlich einige Filter zur Verfügung, wie die Fast-Fourier-Transformation mit Low-Pass- und Band-Stop-Filter sowie der Medianfilter.

Die Auswertung der Bilder erfolgt mit Hilfe der Software. Dabei werden Geraden über die zu betrachtende Oberfläche gezogen. Anschließend wird die Programmfunktion 'Section Analysis' verwendet um Daten, wie Breite, Tiefe und Abstände auf der Oberfläche zu bestimmen.

2 VERSUCHSBESCHREIBUNG

14

Zunächst analysierten wir die Oberfläche einer CD. Danach versuchten wir einige Male, eine Goldoberfläche zu untersuchen, was jedoch nicht gelang. Zum einen waren unsere Spitzen nicht stabil und zum anderen die Oberfläche des Goldes so zerkratzt, dass wir keine saubere Stelle finden konnten. Hier ist noch zu bemerken, dass wir unseren Versuch an den wohl beiden heißesten Tagen des Jahres durchgeführt haben. Durch die hohen und auch schwankenden Temperaturen kam es zu einem extrem starken Temperaturdrift. Zum Teil waren daher keine vernünftigen Messungen möglich. Am zweiten Versuchstag untersuchten wir dann den HOPG, wobei die wenigen gelungenen Aufnahmen meist nur mit einem Delay von $0ms$ möglich waren. So war nach Abspeichern der Bilder bei nochmaligem Messen, ohne Veränderungen an der Apparatur, meist keinerlei Struktur mehr zu erkennen.

3 Versuchsauswertung

3.1 CD

Die CD haben wir auf zwei verschiedene Arten vermessen. Für die erste Messung wählten wir einen Ausschnitt von $7,6 \mu\text{m}$ auf $7,6 \mu\text{m}$. Somit waren wir hier in der Lage möglichst viele Pits der CD zu erfassen. Auf der nachfolgenden Abbildung der ungefilterten Oberflächenstruktur der CD kann man mehrere vollständige Pits erkennen. Außerdem erkennt man sehr schön, dass die CD in der Mitte durch einen Kratzer über die gesamte betrachtete Fläche beschädigt ist.

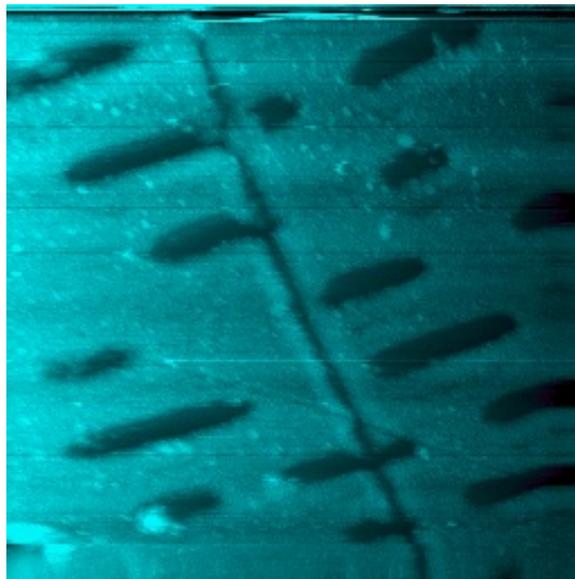


Abbildung 6: Ungefilterte Aufnahme einer CD mit Auflösung $7,6 \mu\text{m}$ auf $7,6 \mu\text{m}$

Für die Aufnahme wählten wir die folgenden Einstellungen. Diese Einstellungen erhielten wir nach längerem Experimentieren mit dem Raster-Tunnel-Mikroskop. Sie ermöglichten uns, ein optimales Ergebnis der Messung zu erhalten:

Auflösung	$7,6 \mu\text{m}$ auf $7,6 \mu\text{m}$
Spannung	1,07 Volt
Tunnelstrom	14 nA
Delay	2,5 ms
scan magnification:	1
	line removal

Anhand dieser Darstellung ermittelten wir die Breite und die Tiefe von jeweils sechs verschiedenen Pits auf der Oberfläche. Des weiteren ermittelten wir die Abstände zwischen jeweils zwei aufeinander folgenden Pits. Die gemessenen Werte sind in der folgenden Tabelle dargestellt:

Pit-Nr.	Breite [μm]	Tiefe [μm]	Abstand zum nächsten Pit [μm]
1	2,46	1,56	0,94
2	1,93	0,38	1,08
3	2,00	0,34	0,83
4	1,63	0,29	0,83
5	0,87	1,01	0,91
6	2,23	1,08	
Durchschnitt:	1,85	0,78	0,92

Da das obige Bild allerdings durch das Rauschen stark beeinträchtigt ist, haben wir uns entschlossen, es mit Hilfe der uns zur Verfügung stehenden Filter zu optimieren. Die besten Ergebnisse erhielten wir hierbei mit folgender Filterkombination:

- Median-Filter der Stärke 500 (Matrix 9×9)
- Low-Pass-Filter nach der Fast Fourier Transformation

Nach dem Ausführen dieser Filterkombination erhielten wir ein Bild, welches eine deutliche Verbesserung zur ursprünglichen Aufnahme darstellte. Dieses bearbeitete Abbild der CD-Oberfläche ist in der folgenden Abbildung dargestellt:

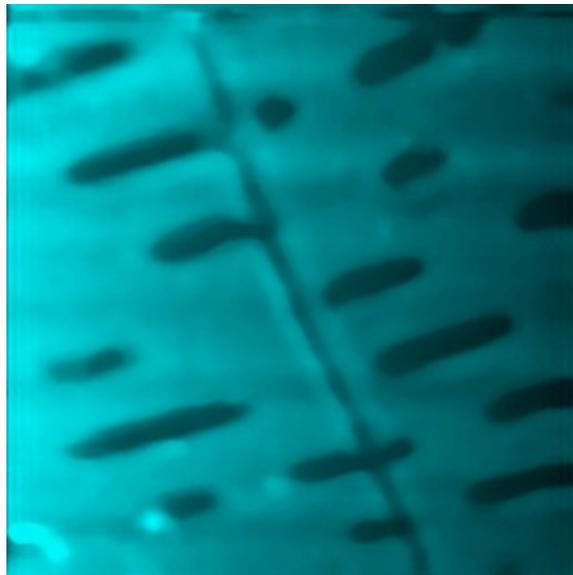


Abbildung 7: Gefilterte Aufnahme einer CD mit Auflösung $7,6 \mu m$ auf $7,6 \mu m$

3 VERSUCHSAUSWERTUNG

17

Für die zweite Messung wählten wir einen Ausschnitt der Größe $5,0 \mu\text{m}$ auf $5,0 \mu\text{m}$. Entsprechend verringerte sich natürlich auch die Anzahl der Pits im Bildbereich. Allerdings ist man nun in der Lage, die Breite und die Abstände zwischen den Pits besser zu erkennen. Für diesen Versuchsteil wählten wir diese Einstellungen:

Auflösung	$5,0 \mu\text{m}$ auf $5,0 \mu\text{m}$
Spannung	1,72 Volt
Tunnelstrom	20 nA
Delay	1,55 ms
scan magnification:	1
	line removal

Die Messungen an dieser Oberflächenstruktur der CD sind in der folgenden Tabelle dargestellt

Pit-Nr.	Breite [μm]	Tiefe [μm]	Abstand zum nächsten Pit [μm]
1	2,30	1,37	0,83
2	1,81	0,12	0,85
3	2,25	0,22	
Durchschnitt:	2,12	0,57	0,84

Die der Tabelle zugrundeliegende Aufnahme ist im folgenden dargestellt:

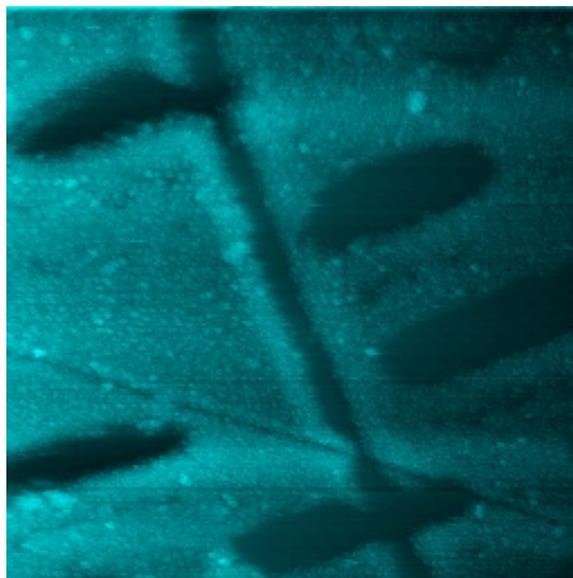


Abbildung 8: Ungefilterte Aufnahme einer CD mit Auflösung $5,0 \mu\text{m}$ auf $5,0 \mu\text{m}$

3 VERSUCHSAUSWERTUNG

Auch auf diese Darstellung der CD wendeten wir die beiden genannten Filter an. Es ergibt sich wie bereits bei der ersten Aufnahme beobachtet eine verbesserte Darstellung:

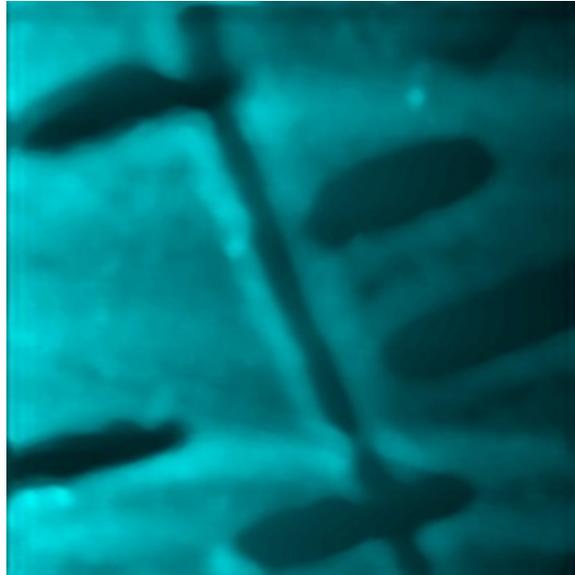


Abbildung 9: Gefilterte Aufnahme einer CD mit Auflösung $5,0 \mu m$ auf $5,0 \mu m$

Für die dreidimensionale Darstellung haben wir folgenden Bilder erzeugt:

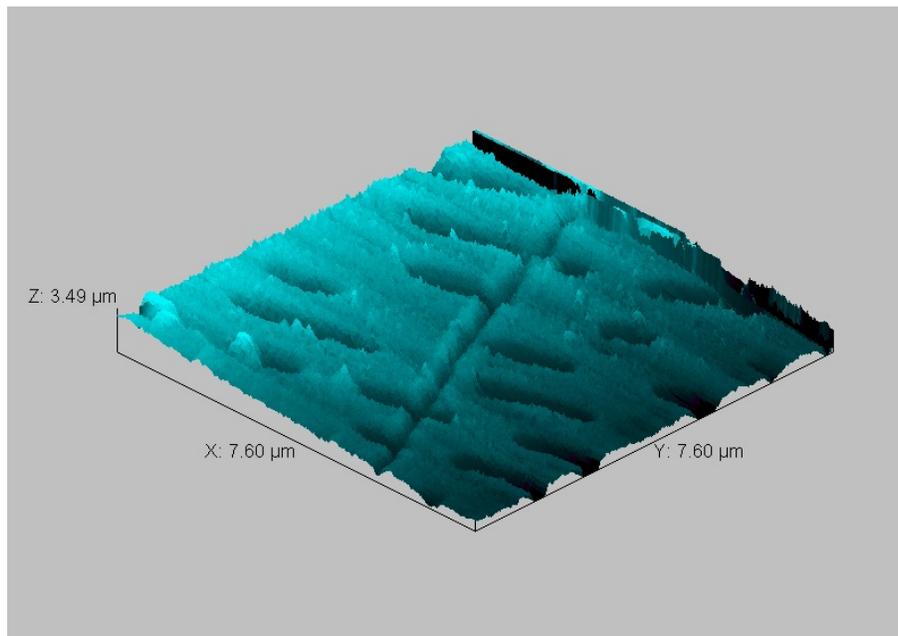


Abbildung 10: Ungefilterte dreidimensionale Darstellung mit Auflösung $7,6 \mu m$ auf $7,6 \mu m$

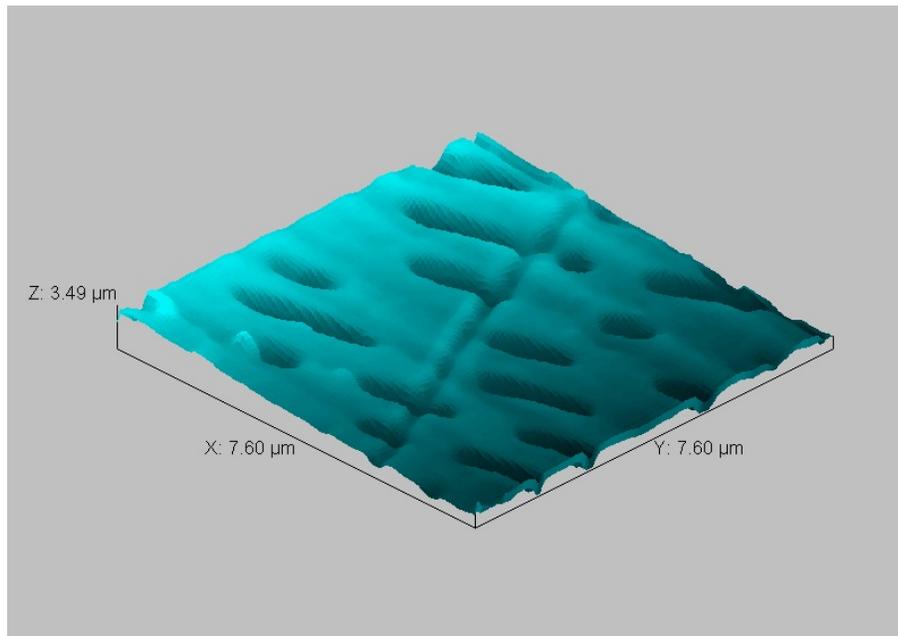


Abbildung 11: Gefilterte dreidimensionale Darstellung mit Auflösung $7,6 \mu m$ auf $7,6 \mu m$

Diese beiden Bilder zeigen die CD mit einer Auflösung von $7,6 \mu m$ auf $7,6 \mu m$ zuerst in ungefilterter Darstellung und anschließend nach der Anwendung der oben genannten Filterkombination. Vergleicht man diese beiden Darstellungen der CD so fällt auf, dass die gewählte Filterkombination ein Optimum an Information auf dem ersten Bild herausfiltert. Der rechte hintere Rand, welcher eindeutig durch Fehler beim Scan hervorgerufen wird, konnte bei der zweiten Darstellung herausgerechnet werden. Außerdem werden kleinere Peaks, welche wahrscheinlich durch Störungen der Spitze ausgelöst wurden, in der gefilterten Aufnahme vernachlässigt, so dass eine sehr schöne Oberflächenstruktur entsteht.

Ein optimaleres Bild hätte man wahrscheinlich durch das Anwenden des *Plain Removals* erreichen können. Dann wäre die Schräge der beiden Bilder herausgefiltert worden.

Die beiden folgenden Aufnahmen entsprechen dem dreidimensionalen Bild der CD bei einer Auflösung von $5,0 \mu m$ auf $5,0 \mu m$. Wiederum beschreibt die erste Abbildung die Situation vor der Anwendung der beiden Filter und die zweite Abbildung die Situation danach. Auch hier ergeben sich durch die Filterung eindeutige Verbesserungen in der Darstellung der Oberflächenstruktur.

3 VERSUCHSAUSWERTUNG

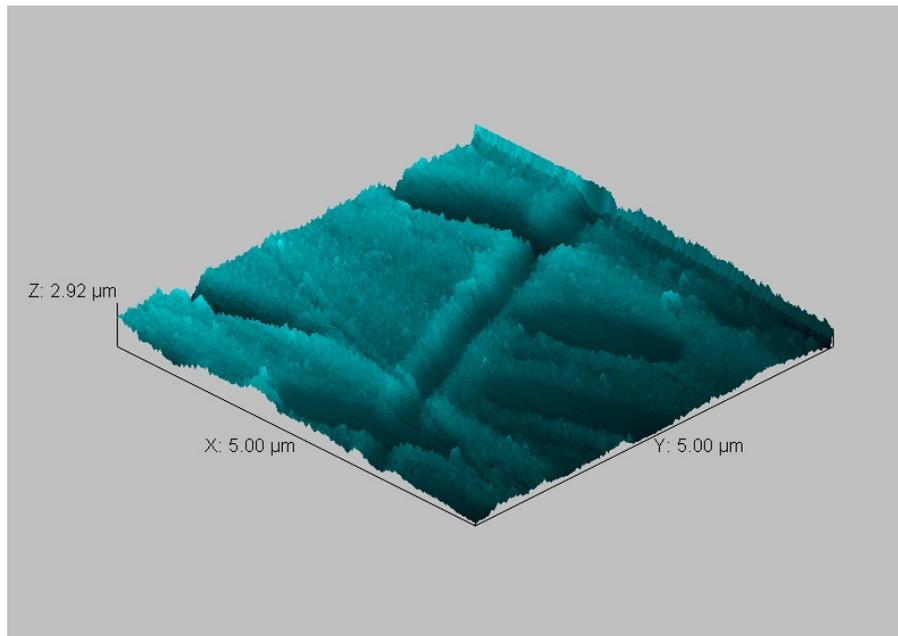


Abbildung 12: Ungefilterte dreidimensionale Darstellung mit Auflösung $5,0 \mu m$ auf $5,0 \mu m$

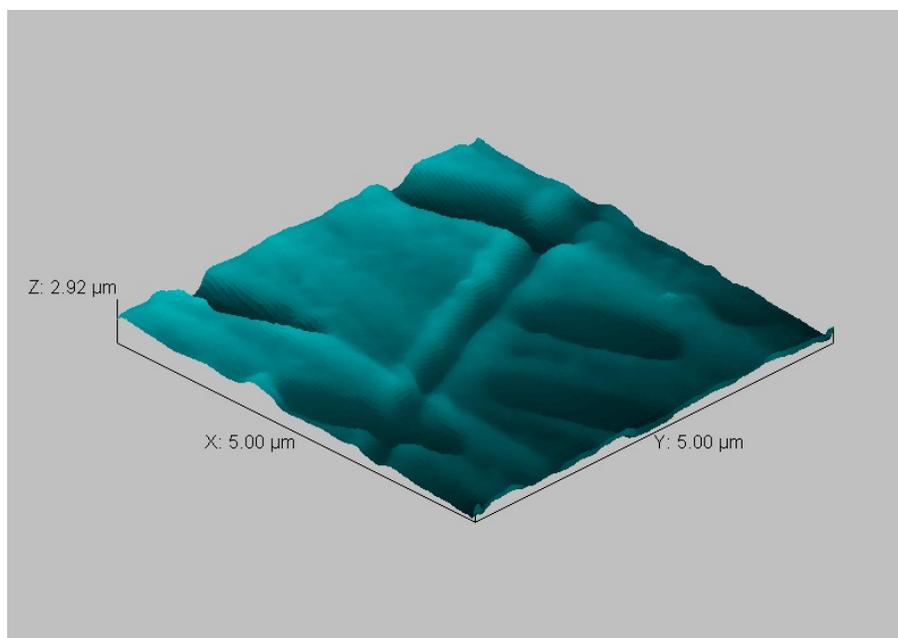


Abbildung 13: Gefilterte dreidimensionale Darstellung mit Auflösung $5,0 \mu m$ auf $5,0 \mu m$

3.2 HOPG

3.2.1 Auflösung von 10,0 nm auf 10,0 nm

Die Graphitoberfläche wurde in einer ersten Versuchsdurchführung mit einer Auflösung von 10,0 nm auf 10,0 nm aufgenommen. Zur Auswertung versuchten wir nun die Abstände zwischen zwei Atomen zu bestimmen. Die erste Aufnahme realisierten wir dabei mit folgenden Einstellungen:

Auflösung	10,0 nm auf 10,0 nm
Spannung	0,20 Volt
Tunnelstrom	17,8 nA
Delay	0,15 ms
scan magnification:	250
	line removal
	unidirektional

Für eine bessere Darstellung entschieden wir uns, die Aufnahme mit dem Low-Pass-Filter nach der FFT zu bearbeiten. Damit ergaben sich die folgende Abbildungen:

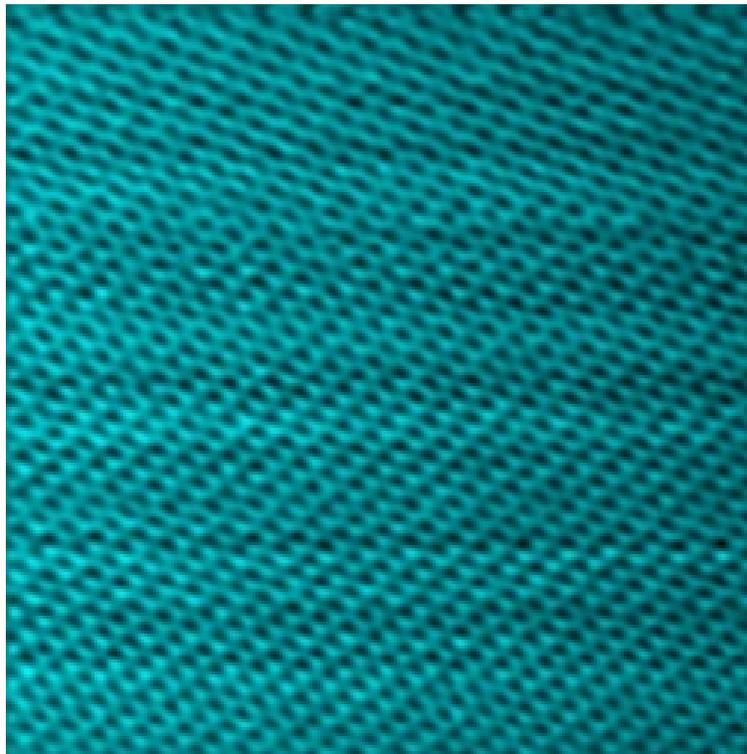


Abbildung 14: HOPG mit einer Auflösung von 10,0 nm auf 10,0 nm

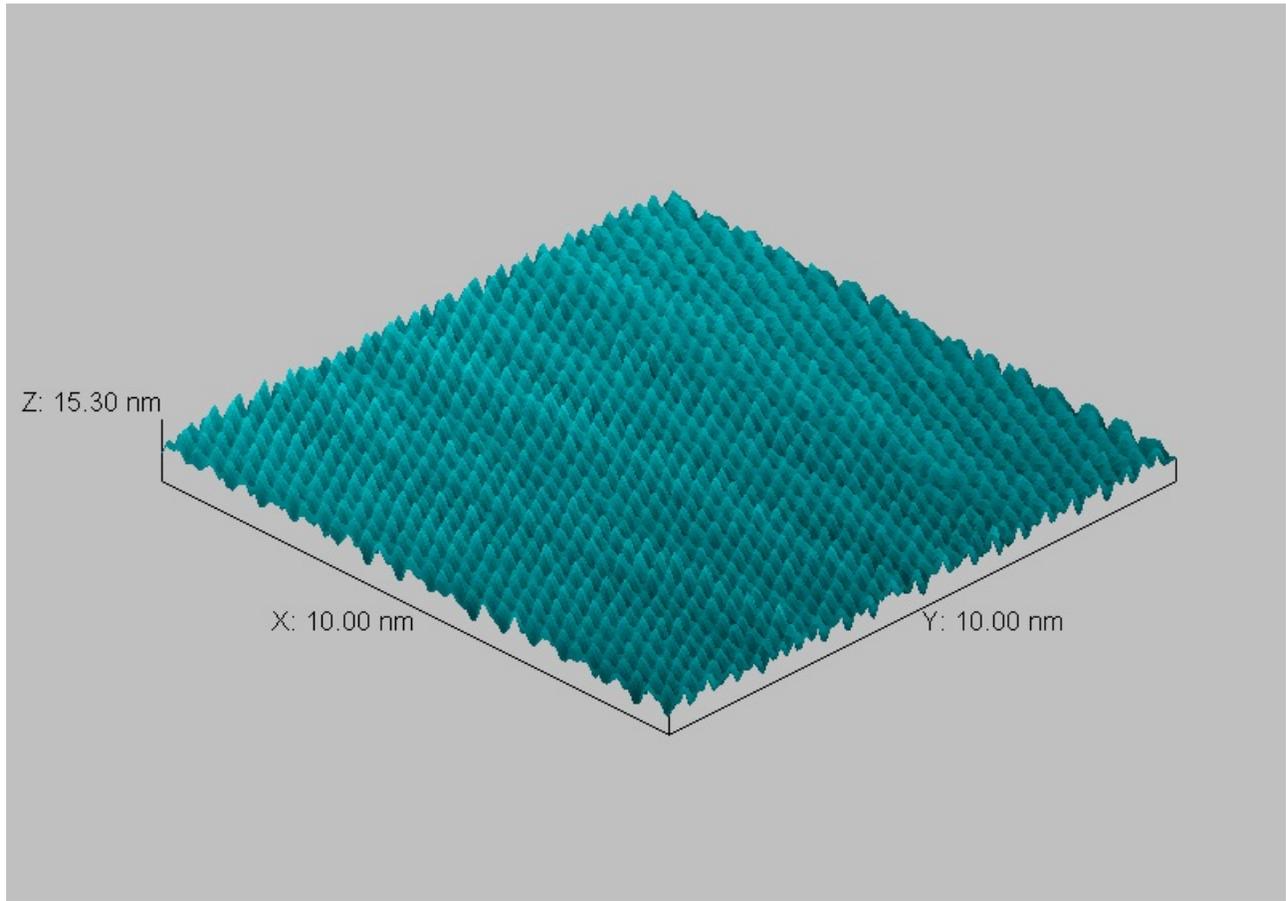


Abbildung 15: Dreidimensionale Darstellung mit einer Auflösung von 10,0 nm auf 10,0 nm

Zur Bestimmung des Abstandes zwischen zwei Atomen haben wir den Abstand über mehrere Atome gemessen und teilen anschließend durch die Anzahl der Atome. Der Abstand beträgt laut Literaturangaben (Ref. [1]) 0,246 nm. Die von uns gemessenen Werte wurden in der folgenden Tabelle festgehalten:

Anzahl der Atome	Distanz in Å	Abstand zweier Atomen in Å	Höhendifferenz in Å
14	37,02	2,644	1,1
20	52,76	2,638	2,31

Der Mittelwert dieser beiden Werte beträgt $2,641 \text{ Å}$ und stimmt somit sehr gut mit dem Literaturwert überein. Die Höhendifferenzen beider Messungen differieren beträchtlich. Allerdings kann bei alleiniger Betrachtung dieser Messung keine Aussage darüber gemacht werden, welcher Wert besser ist. Auch bei den nachfolgenden Messungen schwanken die Höhendifferenzen beträchtlich

3.2.2 Auflösung von 5,0 nm auf 5,0 nm

Für die zweite Messung benutzten wir die folgenden Einstellungen:

Auflösung	5,0 nm auf 5,0 nm
Spannung	0,20 Volt
Tunnelstrom	17,8 nA
Delay	0,05 ms
scan magnification:	250
	line removal
	unidirektional

Auch hier benutzten wir die Bildbearbeitungswerkzeuge, um eine bessere Darstellung der Aufnahme des Raster-Tunnel-Mikroskops zu erhalten. Daraus ergab sich die nachstehende Abbildung:

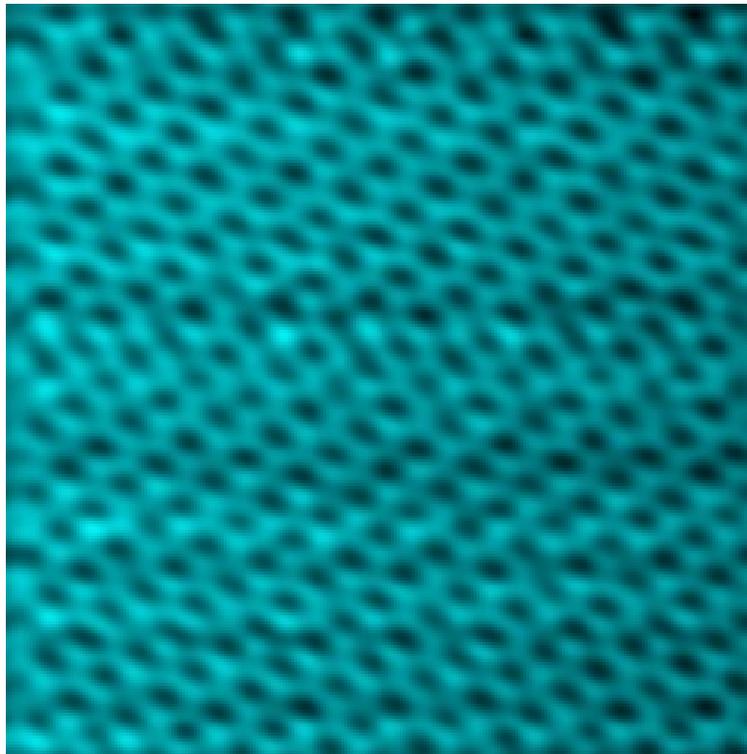


Abbildung 16: HOPG mit einer Auflösung von 5,0 nm auf 5,0 nm

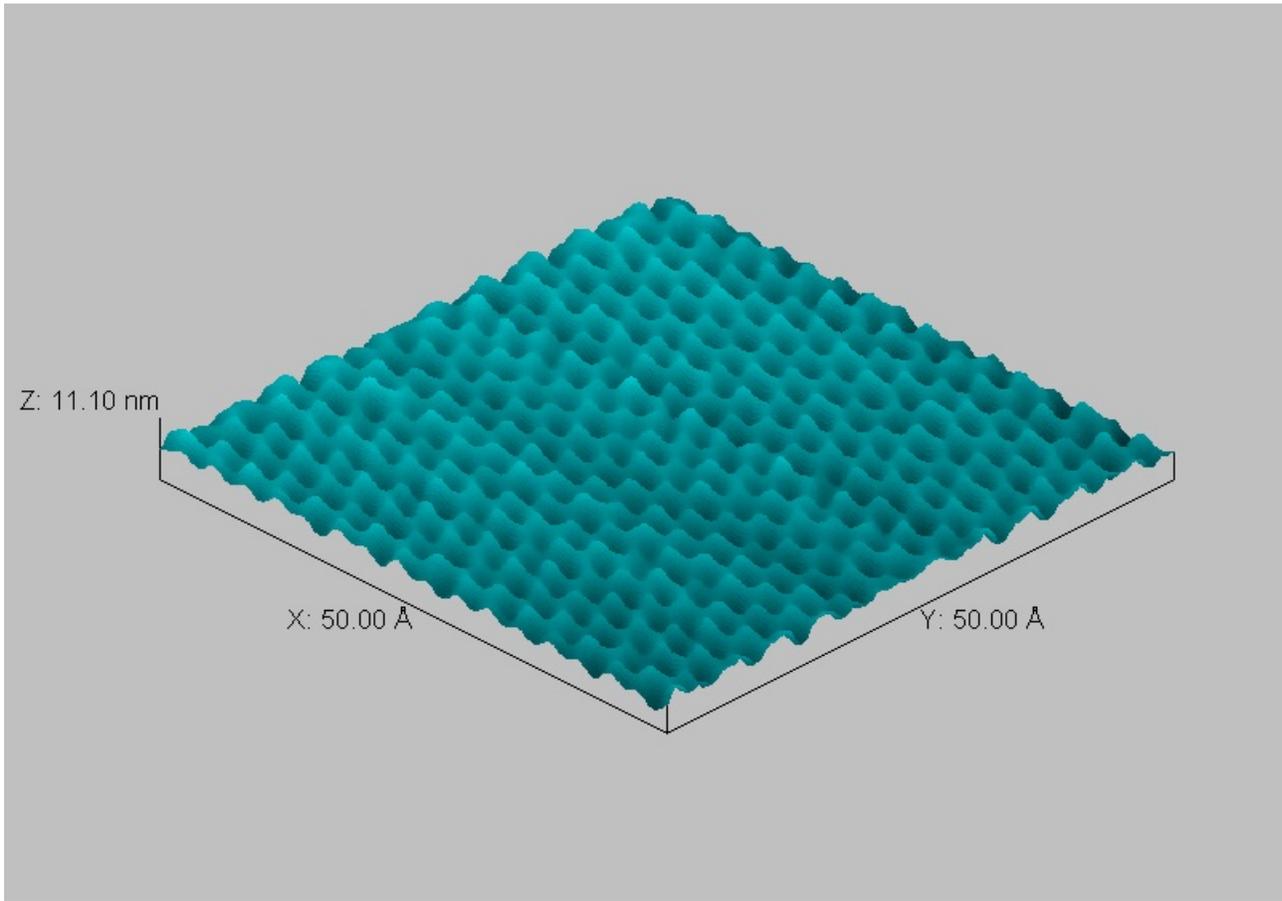


Abbildung 17: Dreidimensionale Darstellung mit einer Auflösung von 5,0 nm auf 5,0 nm

Um den Abstand zweier Atome zu ermitteln, gingen wir analog zur Aufnahme mit 10,0 nm auf 10,0 nm vor.

Anzahl der Atome	Distanz in Å	Abstand zweier Atomen in Å	Höhendifferenz in Å
19	48,99	2,578	2,5
19	49,18	2,588	2,47

Auch hier erhält man für den Mittelwert 2,583 Å eine sehr gute Übereinstimmung mit dem Literaturwert. Die Höhendifferenz bewegt sich hier im Bereich um 2,5 Å.

3.2.3 Auflösung von 2,0 nm auf 2,0 nm

Die dritte Messung wurde mit den folgenden Einstellungen realisiert:

Auflösung	2,0 nm auf 2,0 nm
Spannung	0,20 Volt
Tunnelstrom	17,8 nA
Delay	0,00 ms
scan magnification:	250
	line removal
	unidirektional

Es ist hier besonders zu erwähnen, dass der Delay Null gewählt wurde, weil an dem Versuchstag extrem hohe Temperaturen herrschten. Jede größere Verzögerungszeit führte bei der Messung zu einem starken Temperaturdrift. Es gelang uns aus diesem Grund auch lediglich bei einer Messung diesen kleinen Bereich der HOPG-Oberfläche abzurastern. Weitere Versuche scheiterten auch bei gleichen Einstellungen, aufgrund der hohen Temperaturschwankungen. Wir erhielten somit folgende Abbildungen:

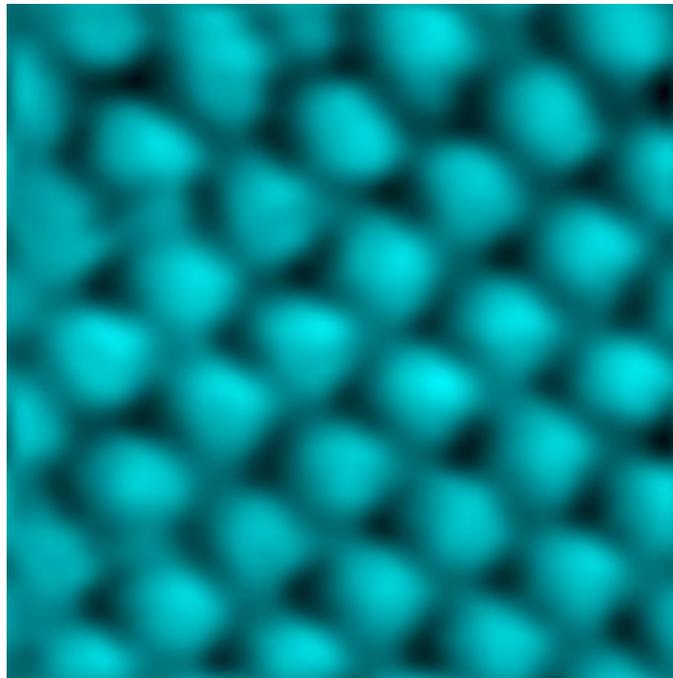
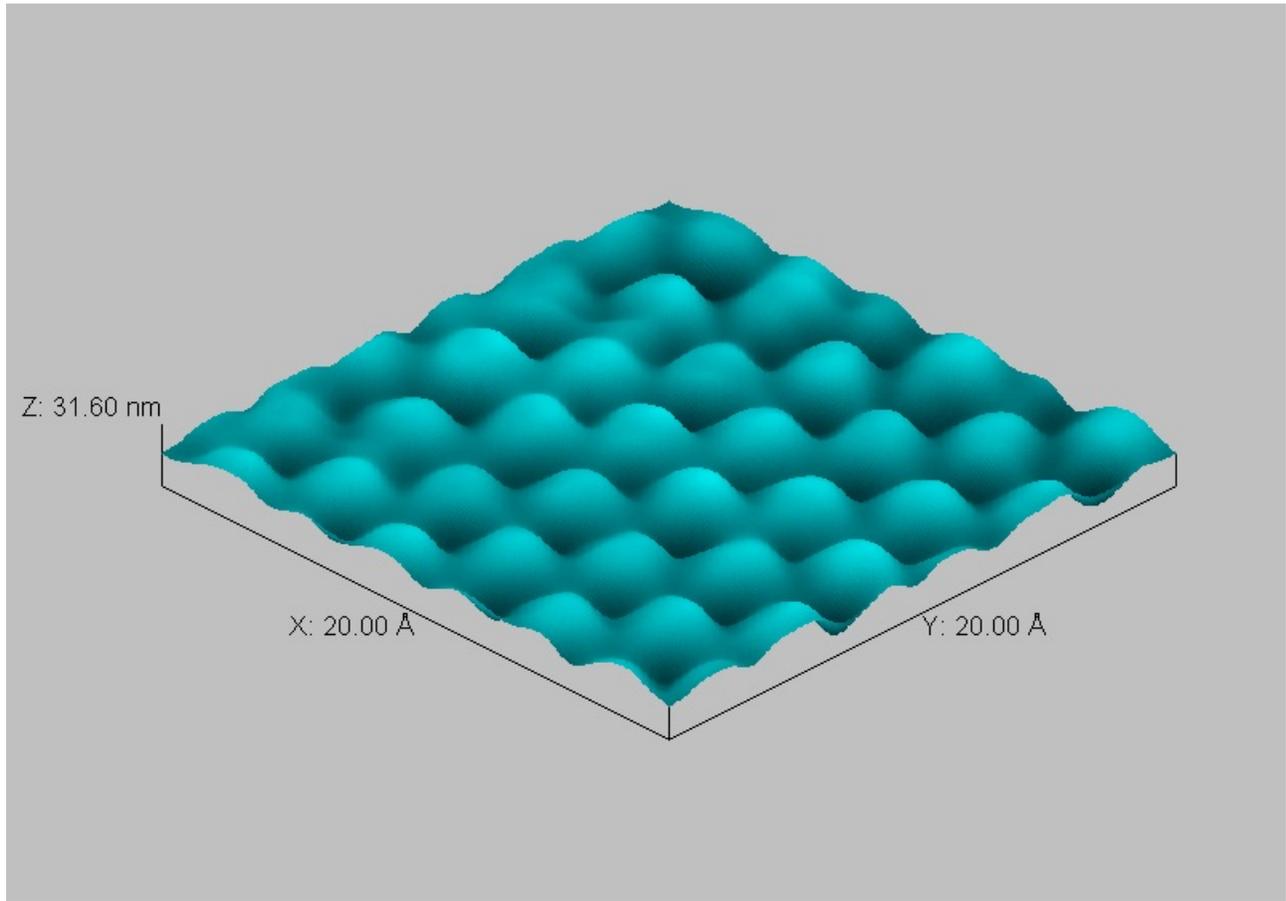


Abbildung 18: HOPG mit einer Auflösung von 2,0 nm auf 2,0 nm

Abbildung 19: Dreidimensionale Darstellung mit einer Auflösung von $2,0 \text{ nm}$ auf $2,0 \text{ nm}$

Trotz der widrigen Umwelteinflüsse ist an dieser Stelle festzuhalten, dass eine außerordentliche Qualität der Aufnahmen erreicht werden konnte. Bestimmt man nun den Abstand zweier Atome, so erhält man folgende Tabelle:

Anzahl der Atome	Distanz in Å	Abstand zweier Atomen in Å	Höhendifferenz in Å
14	37,02	2,644	1,1
20	52,76	2,638	2,31

Der Mittelwert für die Messung $2,641 \text{ Å}$ bewegt sich abermals im Bereich des angegebenen Literaturwertes. Die Höhendifferenz der beiden Messungen schwankt auch hier wieder. Es kann also davon ausgegangen werden, dass die Messung der Höhendifferenz sehr störanfällig ist. Abschließend ist zu sagen, dass die gemessenen Werte stets sehr gut mit dem Literaturwert übereinstimmen.

3.2.4 Einzeichnen der Elementarzelle

Eine weitere Aufgabe, welche uns für die Versuchsauswertung gestellt wurde, ist das Einzeichnen der Elementarzelle in die Aufnahme einer HOPG-Struktur. Wir haben uns hier für die Aufnahme mit der Auflösung $2,0\text{ nm}$ auf $2,0\text{ nm}$ entschieden. Begründen lässt sich diese Wahl prinzipiell sehr einfach. Bei dieser Auflösung kann eine recht große Elementarzelle eingepasst werden, was natürlich den graphischen Aufwand verringert.

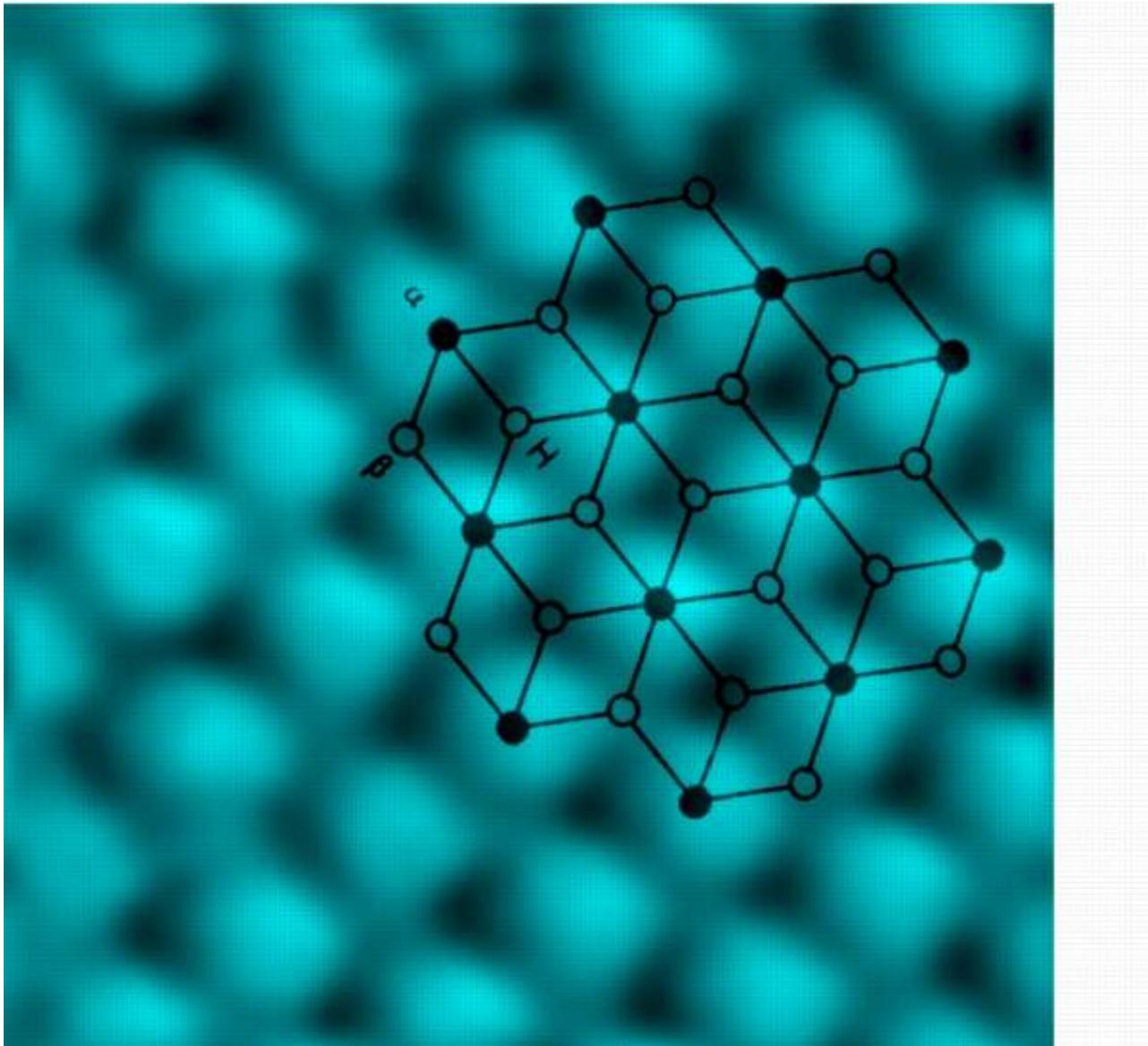


Abbildung 20: HOPG mit eingezeichneter Elementarzelle

Literatur

- [1] http://www.physik.uni-osnabrueck.de/resonanz/hjreyher/lab/anl/rtm/RTM_Aufgaben.pdf
- [2] Claus Hamann, Michael Hietschold; Raster-Tunnel-Mikroskopie; Akademie Verlag 1991
- [3] N.W.Ashcroft, N.D. Mermin; Festkörperphysik; Oldenburg Wissenschaftsverlag 2001
- [4] H. Vogel; Gerthsen Physik; Springer-Verlag 1999