



V8 – Analytische Rastertunnelmikroskopie

Ort: Labor C60.U09 (Professur Analytik an Festkörperoberflächen)

Betreuer: Dr. Thi Ngoc Ha Nguyen

Die Rastertunnelmikroskopie (scanning tunneling microscopy – STM) ist ein Abbildungsverfahren, das – wie der Name schon sagt – auf dem quantenmechanischen Tunneleffekt beruht. Dazu wird eine metallische Spitze soweit an die Oberfläche einer (leitfähigen) Probe herangeführt, dass ein messbarer Tunnelstrom fließt. Der Abstand zwischen Spitze und Probe liegt dabei in der Größenordnung von 1 nm. Der Betrag des Tunnelstroms weist eine starke Abhängigkeit vom Abstand zwischen Spitze und Probenoberfläche auf und wird daher zur Bestimmung der Proben topografie bis in den atomaren Maßstab genutzt. Zur Erstellung eines zweidimensionalen Bildes wird die Spitze durch Piezo-Elemente über die Probe geführt und in jedem Messpunkt der Tunnelstrom bei vorgegebener Spannung gemessen.

In der Probe liefert nur die oberste Atomlage einen signifikanten Beitrag zum Tunnelstrom. Damit besitzt die Rastertunnelmikroskopie eine größtmögliche Oberflächensensitivität, wodurch sie zu einem unverzichtbaren Untersuchungsverfahren für 2D-Materialien (wie beispielsweise Graphen oder 1T-TaS₂) wird. Darüber hinaus besteht die Möglichkeit ortsaufgelöste Strom-Spannungs-Kennlinien des Tunnelkontakts aufzunehmen, was zur Methode der Rastertunnelspektroskopie (scanning tunneling spectroscopy – STS) führt.

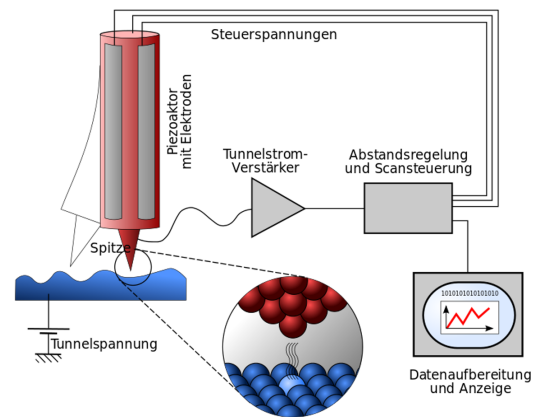
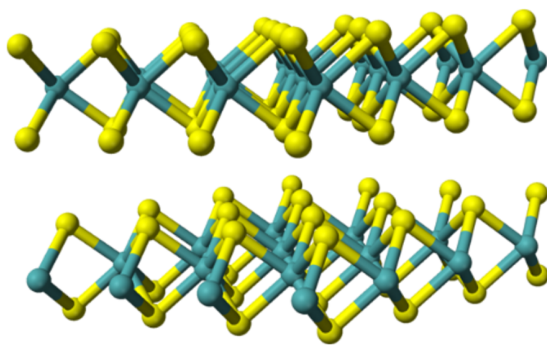
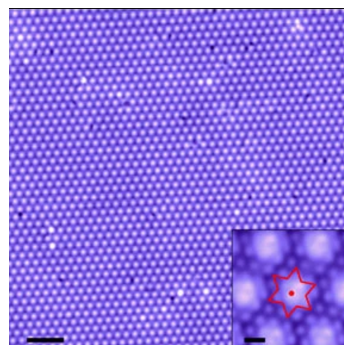


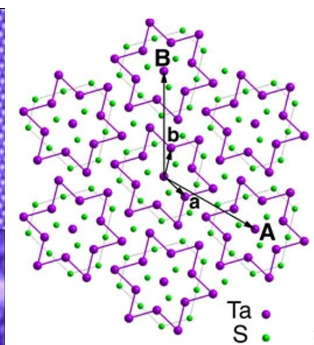
Abbildung 1) Aufbau eines STM[1]



(a) Strukturmodell: TaS₂ ist aus S-Ta-S Trilagen aufgebaut, die nur schwach miteinander wechselwirken (2D-Material).[2]



(b) STM-Aufnahme von 1T-TaS₂: Im großen Bild ist die Ladungsdichtewelle, im kleinen zusätzlich die atomare Struktur erkennbar. Maßstabsbalken großes Bild: 10 nm, kleines Bild: 0,5 nm.[3]



(c) Schemazeichnung zur Entstehung der sternförmigen Struktur der Ladungsdichtewellen in 1T-TaS₂. [3]



1. Bilden Sie die Oberfläche einer TaS₂-Probe mit dem Rastertunnelmikroskop ab. Beginnen Sie mit Aufnahmen der großflächigen Proben topographie (Scanbereich ca. 200 nm × 200 nm) und arbeiten Sie sich zu höheren Vergrößerungen vor um die Ladungsdichtewellen in diesem Material abzubilden.
2. Für die weiteren Messungen stehen 2 Optionen zur Auswahl:
 - 2.1 Führen Sie Rastertunnelspektroskopie an der TaS₂-Probe durch.
 - 2.2 Bilden Sie die atomare Struktur einer Graphit- (HOPG-) Oberfläche sowie die Struktur von adsorbierten Molekülen auf diesem Substrat ab.

Ein detailliertes Arbeitsprogramm für diesen Versuch befindet sich am Ende dieser Anleitung.

Tunneleffekt, Rastertunnelmikroskopie (STM), Rastertunnelspektroskopie (STS), Ladungsdichtewellen, TaS₂ (1T-Modifikation), HOPG (highly oriented pyrolytic graphite), Trimesinsäure (trimesic acid – TMA), Selbstassemblierung

Folgende Literatur ist online über die Universitätsbibliothek oder frei im Internet verfügbar:

1. Bert Voigtländer: Scanning Probe Microscopy, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2015 <https://doi.org/10.1007/978-3-662-45240-0>
2. The Nobel Prize in Physics 1986 (Webseite) http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laureates/1986/
3. G. Binnig, H. Rohrer: Scanning tunneling microscopy—from birth to adolescence, Rev. Mod. Phys. 59 (1987) 615–625 <https://link.aps.org/doi/10.1103/RevModPhys.59.615>
4. J. Tersoff, D. R. Hamann: Theory of the scanning tunneling microscope, Phys. Rev. B 31 (1985) 805–813 <https://journals.aps.org/prb/abstract/10.1103/PhysRevB.31.805>
5. N. T. N. Ha, T. G. Gopakumar, R. Gutzler, M. Lackinger, H. Tang, M. Hietschold: Influence of Solvophobic Effects on Self-Assembly of Trimesic Acid at the LiquidSolid Interface, J. Phys. Chem. C 2010, 114, 8, 3531–3536 <https://doi.org/10.1021/jp907781a>
6. R. E. Thomson, B. Burk, A. Zettl, and John Clarke: Scanning tunneling microscopy of the charge-density-wave structure in 1T-TaS₂, Phys. Rev. B 49 (1994) 16899–16916 <https://journals.aps.org/prb/abstract/10.1103/PhysRevB.49.16899>

Sowie jede weitere Literatur zu den oben genannten Stichworten.



Vorbereitende Arbeiten

1. Herstellung der Rastertunnelspitze(n)

- ▶ Die Metallspitze ist die entscheidende Komponente eines Rastertunnelmikroskops. Im Praktikumsversuch wird eine Platin-Iridium-Spitze hergestellt, indem ein PtIr-Draht spitz abgeschnitten wird.
- ▶ Da die Qualität der Spitze maßgeblich für die später erreichbare Bildqualität und Auflösung ist, sollte die Herstellung sehr sorgfältig durchgeführt werden.
- ▶ Jegliche Berührung der Spitze ist zu vermeiden.

2. Vorbereitungen zum Messen

- ▶ Einbau der Spitze ins Mikroskop
- ▶ Einsetzen der jeweiligen Probe ins STM
- ▶ Annähernd der Spitze an die Probe (zunächst manuell, später softwaregesteuert)
- ▶ Setup der STM-Steuerung (Hard- und Software)

Basisaufgabe: Abbildung einer TaS₂-Probe

1. Bilden Sie die Probenoberfläche bei verschiedenen Vergrößerungen ab. Beginnen Sie mit einem „großflächigen“ Bildbereich (z.B. 200 nm × 200 nm).
2. Erhöhen Sie schrittweise die Vergrößerung bis die Ladungsdichtewellen an der Oberfläche des TaS₂ zu erkennen sind.
3. Verändern Sie die angelegte Spannung (Tip Bias) und den Tunnelstrom (Current Setpoint) und beobachten Sie die Veränderungen im Bild.

Vertiefungsrichtungen

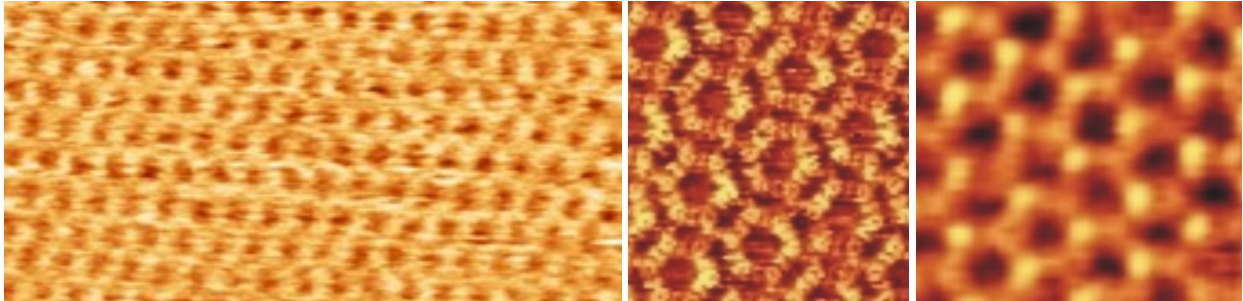
Für den weiteren Verlauf der Experimente stehen zwei Optionen zur Auswahl:

1. Rastertunnelspektroskopie an TaS₂

- ▶ Erhöhen Sie die Vergrößerung der TaS₂-Probe weiter, um auch die atomare Struktur der Oberfläche abbilden zu können.
- ▶ Führen Sie an einer geeigneten Probenstelle Rastertunnelspektroskopie durch und erstellen Sie ein $\frac{dI}{dV}$ -Diagramm.

2. Molekulare Selbstassemblierung von Trimesinsäure (TMA) auf Graphit (HOPG)

- ▶ Bauen Sie anstelle der TaS₂-Probe ein HOPG-Substrat in das STM ein.
- ▶ Bilden Sie die atomare Struktur der HOPG-Oberfläche ab.
- ▶ Stellen Sie eine gesättigte Lösung von TMA in Octansäure her (0,5 mg TMA in 10 ml Säure).
- ▶ Bringen Sie einen Tropfen dieser Lösung auf das HOPG-Substrat auf.
- ▶ Bilden Sie die Anordnung der TMA-Moleküle auf der HOPG-Oberfläche ab. Die Spitze des STM befindet sich dabei innerhalb des Flüssigkeitstropfens.



(a) Atomare Struktur einer Graphit-Oberfläche

(b) Selbstassemblierte Strukturen von
Trimesinsäure-Molekülen auf Graphit

Optionale Ergänzung

Abhängig vom zeitlichen Fortschritt der Experimente besteht die Möglichkeit, eine Einführung an einer der in der Professur vorhandenen UHV-STM-Anlagen zu erhalten und dort im Stil einer Hands-on-Demo Messungen durchzuführen.

Die Bedienung des Rastertunnelmikroskops und der Peripheriegeräte werden Ihnen vor Ort vom Betreuer erläutert. Die einzelnen Messungen erfolgen dann weitgehend eigenständig.

[1] Michael Schmid and Grzegorz Pietrzak

(<https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Rastertunnelmikroskop-schema.svg>),
„Rastertunnelmikroskopschema“, <https://creativecommons.org/licenses/by-sa/2.0/at/deed.en>

[2] Benjah-bmm27 (<https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Molybdenite-3D-balls.png>),

„Molybdenite-3D-balls“, als gemeinfrei gekennzeichnet, Details auf Wikimedia Commons:
<https://commons.wikimedia.org/wiki/Template:PD-user>

[3] Ma, L., Ye, C., Yu, Y. et al. A metallic mosaic phase and the origin of Mott-insulating state in 1T-TaS₂. *Nat Commun* **7**, 10956 (2016). <https://doi.org/10.1038/ncomms10956>