

Rasterkraftmikroskopie

Michael Prim, Tobias Volkenandt
Gruppe 37

7. Mai 2007

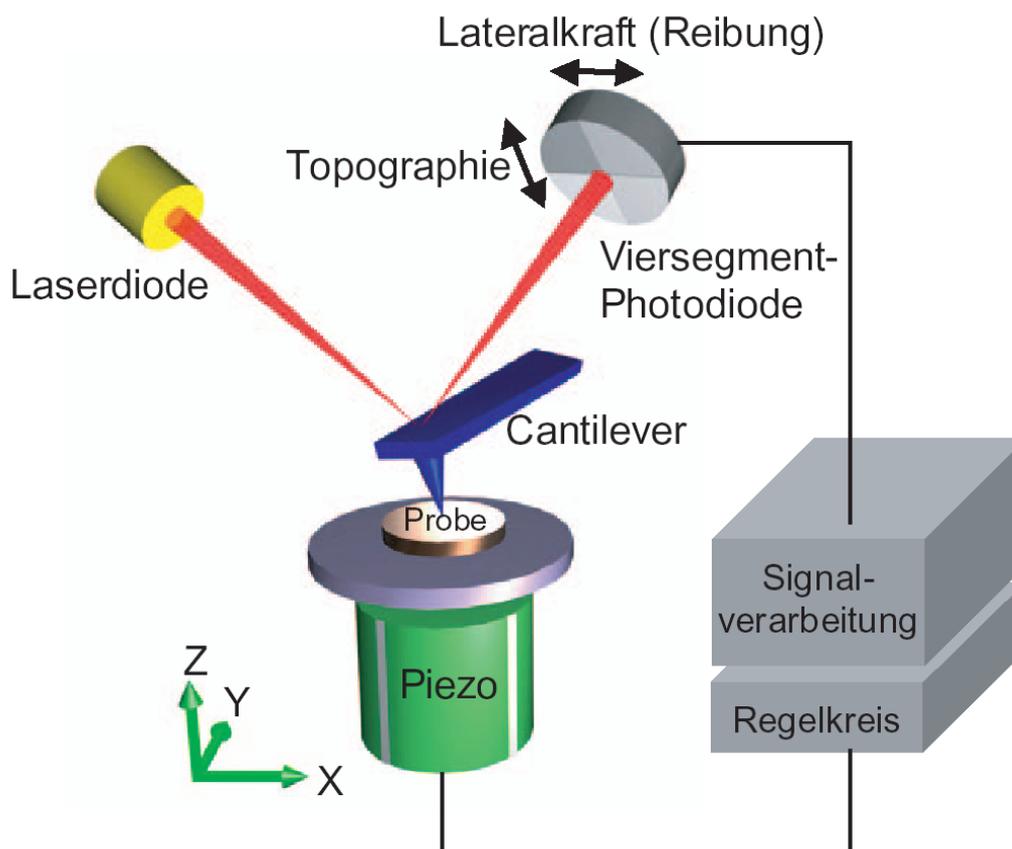


Abbildung 1: Schematischer Aufbau eines Rasterkraftmikroskopes

Inhaltsverzeichnis

1	Ziel des Versuchs	3
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Aufbau und Funktionsweise eines Rasterkraftmikroskops	3
2.2	Mess-modi des Rasterkraftmikroskops	3
2.2.1	Contact Mode	3
2.2.2	Non-contact Mode	4
2.3	Spitzengeometrie und Auflösung	4
2.4	Piezo-Effekt und Piezo-Materialien	5
2.5	Kräfte zwischen Spitze und Oberfläche	5
2.5.1	Van der Waals Kräfte	5
2.5.2	Kapillarkräfte	6
2.5.3	Repulsive Kräfte	6
2.5.4	Adhäsionskräfte	6
2.5.5	Lennard-Jones-Potential	7
2.6	Kraft-Abstandskurven	7
3	Experimenteller Aufbau und Versuchsdurchführung	9
3.1	Aufgabe 0 - Funktionsweise eines Rasterkraftmikroskops	9
3.2	Aufgabe 1 - Einfluss der Spitzengeometrie	9
3.3	Aufgabe 2 - Vermessung eines Liniengitters	9
3.4	Aufgabe 3 - Kraft-Abstandskurven	9
3.5	Aufgabe 4 - Berechnung der Federkonstanten	9
3.6	Aufgabe 5 - Kraft-Abstandskurve eines Liniengitters	9
3.7	Aufgabe 6 - Auflösungsvermögen	9
3.8	Aufgabe 7 - Vermessung einer CD-ROM	9
3.9	Aufgabe 8 - Gedankenexperiment zu Lateralkräften	10
3.10	Aufgabe 9 - Vergleich der Lateralkraftaufnahmen von Liniengitter und CD-ROM	10
4	Versuchsauswertung	11
4.1	Aufgabe 0 - Funktionsweise eines Rasterkraftmikroskops	11
4.2	Aufgabe 1 - Einfluss der Spitzengeometrie	11
4.3	Aufgabe 2 - Vermessung eines Liniengitters	12
4.4	Aufgabe 3 - Kraft-Abstandskurven	16
4.5	Aufgabe 4 - Berechnung der Federkonstanten	16
4.6	Aufgabe 5 - Kraft-Abstandskurve eines Liniengitters	17
4.7	Aufgabe 6 - Auflösungsvermögen	18
4.8	Aufgabe 7 - Vermessung einer CD-ROM	18
4.9	Aufgabe 8 - Gedankenexperiment zu Lateralkräften	21
4.10	Aufgabe 9 - Vergleich der Lateralkraftaufnahmen von Liniengitter und CD-ROM	22

1 Ziel des Versuchs

Bei diesem Versuch geht es darum das Verfahren der Rasterkraftmikroskopie kennen zu lernen, das eine von mehreren Möglichkeiten darstellt, Strukturen bis hin zu atomaren Skalen zu untersuchen.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Aufbau und Funktionsweise eines Rasterkraftmikroskops

Die Rasterkraftmikroskopie (auch “Atomic Force Microscope”, AFM) ist eine Weiterentwicklung der Rastersondenmikroskopie. Ganz allgemein beruht das Messprinzip darauf, dass eine Probe mit einer feinen Sonde abgetastet wird. Dabei werden die zwischen der Sonde und der Probe auftretenden Wechselwirkungen registriert. Je nach Art der zu untersuchenden Wechselwirkung gibt es besondere Sonden und Messspitzen.

Beim Rasterkraftmikroskop wird üblicherweise eine Spitze aus Silizium oder Siliziumnitrid verwendet. Manchmal werden jedoch auch Metalle, Diamant oder andere Materialien verwendet. Die Spitze an einen Radius von $5 - 50\text{nm}$ und ist starr an einem Hebelarm, dem sog. Cantilever befestigt. Dieser ist entweder als einfacher Balken oder als Dreieckshebel realisiert und typischerweise $10 - 500\mu\text{m}$ lang, $30 - 80\mu\text{m}$ breit und $0,5 - 7,5\mu\text{m}$ dick. Wird nun die Spitze über die Probe bewegt, so übertragen sich die auf sie wirkenden atomaren Kräfte auf den Cantilever, wo sie registriert werden können.

Es gibt verschiedene Messmethoden die Kräfte auf den Cantilever zu erfassen. Neben Methoden, die auf einer Tunnelstromänderung beruhen, sowie kapazitiven oder piezoelektrischen Messmethoden ist jedoch die optische am meisten verwendete (“laser beam detektion”) (siehe Titel). Dabei wird ein Laserstrahl auf die Rückseite des Cantilevers gerichtet und dort in Richtung einer Photodiode reflektiert. Ohne Krafteinwirkung auf den Cantilever ist der Laserstrahl so justiert, dass er genau die Mitte der vier-elementigen Photodiode trifft. Wird nun der Cantilever durch Krafteinwirkung ausgelenkt oder verdreht, so ändert sich auch die Reflexionsrichtung des Laserstrahls. Er trifft andere Elemente der Photodiode und deren Spannungssignal ändert sich. Daraus kann dann die Auslenkung des Cantilevers errechnet werden.

2.2 Mess-modi des Rasterkraftmikroskops

Es gibt zwei verschiedene Mess-modi in denen das Rasterkraftmikroskop betrieben werden kann:

2.2.1 Contact Mode

Im sog. “contact mode” wird die Spitze des Cantilevers regelrecht auf die Probe aufgesetzt. Beim Abrastern der Probe wird dann die Lageänderung der Spitze über die Verbiegung des Cantilevers ermittelt. Vorzugsweise werden bei diesem Messmodus Cantilever mit kleiner Federkonstante und hoher Elastizität verwendet. Man unterscheidet im contact mode zwei Möglichkeiten der Messung:

- Im “constant height”-Modus wird die Spitze einfach über die Probe bewegt und folgt deren Topographieänderungen. Das Spannungssignal an der Photodiode gibt dann Aufschluss über die Höhenschwankungen. Allerdings wird bei dieser Methode der Cantilever stark belastet. Er verbiegt sich bei jeder Topographieänderung der Probe und kann in schlimmen Fällen, also bei abrupten, starken Änderungen abbrechen.

- Im “constant force”-Modus wird daher die Höhe des Scanners nachreguliert. Sie wird so eingestellt, dass das Spannungssignal an der Photodiode möglichst konstant bleibt. Die Kraft auf den Cantilever ist demnach auch konstant. Die Topographieinformationen werden dann aus dem Signal der Höhennachregulierung gewonnen.

Allerdings treten nicht nur Kräfte auf, die den Cantilever zur Probe hin auslenken (sog. Normalkräfte), sondern auch welche, die ihn parallel zur Probe beeinflussen. Diese parallel gerichteten Kräfte heißen Lateralkräfte und werden durch die Reibung verursacht. Durch eine intelligente Auslegung der Photodiode können diese Lateralkräfte ebenfalls mit einem Rasterkraftmikroskop gemessen werden. Die Normalkräfte lenken den Cantilever nur nach oben oder unten aus, so dass der reflektierte Laserstrahl auch nur die Spannung der oberen und unteren Elemente der Photodiode beeinflusst. Die Lateralkräfte jedoch führen zu einer Verbiegung (Torsion) des Cantilevers. Dadurch wird der Laserstrahl seitlich abgelenkt und ändert das Spannungssignal der seitlichen Photodiodelemente. Leider sind Auslenkung und Torsion des Cantilevers nicht unabhängig voneinander, was ein ”Übersprechen” der Lateral- und Normalkraftdetektion zur Folge hat. Dies muss bei der Interpretation von Rasterbildern berücksichtigt werden.

2.2.2 Non-contact Mode

Bei diesem (auch “Tapping Mode” oder “Intermittent Contact Mode” genannten) Modus berührt der Cantilever die Oberfläche nicht, oder tippt sie allenfalls kurz an. Die Messmethode beruht dann darauf, dass der Cantilever in Schwingungen versetzt wird. Zuerst schwingt der Cantilever mit seiner Eigenfrequenz. Nähert er sich jedoch der Probe so bewirken die wechselwirkenden Kräfte eine Änderung seiner Federkonstanten. Dies schlägt sich in einer Änderung der Schwingungsfrequenz und der Amplitude wieder, was dann Rückschlüsse auf die wirkende Kraft ermöglicht. Um möglichst störungsfrei messen zu können, sollte die Resonanzfrequenz des Cantilevers möglichst hoch sein. Dadurch werden Störungen durch externe Vibrationen oder Schall minimiert.

Die Messung im Non-contact Mode hat den Vorteil, dass weniger Kraft auf die Probenoberfläche ausgeübt wird. Veränderungen oder gar Zerstörungen treten seltener auf. Zudem wird die Messung nicht von Reibungskräften beeinflusst, was aber natürlich auch deren Messung unmöglich macht. Im Non-contact Mode wird zwar der Cantilever weniger belastet, es werden jedoch Cantilever mit hohen Federkonstanten verwendet, die dann eine geringere Elastizität besitzen. Dadurch besteht für die Messspitze ein erhöhtes Bruchrisiko, wenn diese auf die Probe auftrifft. Ein weiterer Nachteil des Non-contact Mode, ist seine verglichen mit dem Contact-Mode geringere Messgeschwindigkeit und seine im Normalfall schlechtere laterale Auflösung.

2.3 Spitzengeometrie und Auflösung

Neben den Eigenschaften des Cantilevers sind die der Spitze noch weitaus maßgebender für das Messergebnis. Man sieht sofort ein, dass keine Konturen abgetastet werden können, die kleiner als die Spitze selbst sind (ähnlich wie bei der Optik, wo die Wellenlänge die Auflösung bestimmt). Daher wird die Spitze so klein wie möglich gehalten und ist im Idealfall nur wenige Atomlagen dick. Neue Modelle verwenden Kohlenstoff-Nanoröhrchen um die Spitze noch kleiner zu machen. Neben der feinen Spitze ist ein großes Aspektverhältnis wichtig.

Die Spitzengeometrie hat wesentlichen Einfluss auf das aufgenommene Bild. Das Messsignal ist stets eine Faltung aus Spitzengeometrie und Proben topographie. Dies sieht man leicht, wenn man sich den Scan eines Delta-Peaks klar macht. Man erhält als Ergebnis das invertierte Bild der Spitze. Eine endlich dicke Spitze führt immer zu einer Verbreiterung der topographischen Merkmale

einer Probe. Zudem steht die Spitze meist nicht senkrecht über der Probe, wodurch Kanten und Steigungen nur dann korrekt gemessen werden, wenn sie kleiner als der Anstellwinkel der Spitze sind. Dies hat auch zur Folge, dass es Scanrichtungen gibt, die Steigungen besser darstellen als andere.

All diese Verfälschungen die auf der Spitzengeometrie beruhen nennt man Spitzenartefakte. Rasterbilder sollten stets kritisch auf solche Artefakte geprüft werden. Man erkennt sie zum Beispiel an sich wiederholenden Strukturen. Eine weitere Möglichkeit Artefakte zu erkennen ist ein doppelter Scan der Probe in Hin- und Rückrichtung. Ein Vergleich der beiden Bilder liefert dann Aufschluss über mögliche Artefakte. Noch besser können Artefakte erkannt werden, indem die Probe zwei Mal in Hinrichtung abgetastet wird, wobei sie beim zweiten Mal um 180° gedreht wurde. So wird beide Male die optimale Scanrichtung ausgenutzt. Artefakte können auch entstehen, wenn die Spitze verdreht oder beschädigt ist.

2.4 Piezo-Effekt und Piezo-Materialien

Beim Rasterkraftmikroskop wird nicht der Cantilever über die Probe, sondern die Probe unter der Spitze bewegt. Da es dabei auf eine hohe Präzision ankommt, wird zur Grobverstellung eine Mikrometerschraube und zur Feinverstellung ein Scannerröhrchen verwendet. Die Positionierfähigkeit dieses Röhrchens beruht auf dem Piezo-Effekt.

In Kristallen mit ausgerichtetem elektrischen Dipolmoment entsteht durch Ausübung von Druck eine elektrische Polarisation. Umgekehrt kann durch eine angelegte Spannung eine Deformierung des Kristalls erzeugt werden. Solche Kristalle bestehen meist aus ferroelektrischer Keramik. Das elektrische Dipolmoment muss dabei bei der Herstellung aufgeprägt werden. Im Laufe der Zeit geht die Ausrichtung der elektrischen Dipole wieder verloren, womit sich die Verformung pro angelegter Spannung verschlechtert. Aus diesem Grunde müssen Scannerröhrchen regelmäßig kalibriert werden.

Im Detail ist ein solches Scannerröhrchen an der Außenseite mit vier symmetrischen Metallelektroden ausgestattet und besitzt eine Ringelektrode im Inneren. Durch Anlegen einer Spannung an eine der vier Elektroden, kann eine Verformung in die entsprechende Richtung erzeugt werden. Eine Verformung entlang der z-Achse wird durch Anlegen der selben Spannung an alle vier Elektroden erreicht.

Ein Problem dieser piezoelektrischen Positionierung ist, dass sich die Verformung nicht sofort einstellt. Das Röhrchen braucht eine gewisse Zeit nach Anlegen der Spannung, bis es die richtige Position erreicht hat. Dieses Verhalten wird als "creep" bezeichnet. Ebenso erfolgt die Verformung nicht immer linear mit der Spannung. In neuen Rasterkraftmikroskopen gibt es daher Systeme die solche Nichtlinearitäten berücksichtigen oder die Verformung über eine Feedbackschleife kontrollieren.

2.5 Kräfte zwischen Spitze und Oberfläche

Die Messdaten, die mit Hilfe eines Rasterkraftmikroskops gewonnen werden können, beruhen auf der Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe. Dabei können folgende Kräfte auftreten:

2.5.1 Van der Waals Kräfte

Van der Waals Kräfte beruhen auf der Dipol-Dipol-Wechselwirkung und stellen bei nicht magnetischen und elektrisch neutralen Molekülen die dominierende Kraft im Bereich kleiner 10nm dar. Hierbei werden drei Arten von Van der Waals Kräften unterschieden:

- Polarisationsbeiträge, die aus der Wechselwirkung zwischen zwei polaren Molekülen entstehen.
- Induzierte Dipolwechselwirkungen, die entstehen, wenn ein polares Molekül in einem neutralen Molekül ein Dipolmoment induziert.
- Dispersionswechselwirkungen, die durch fluktuiierende Elektronendichten in dipolfreien Molekülen entstehen.

Bei der Betrachtung eines Zwei-Teilchen-Problems sind die Van der Waals Kräfte proportional zu $\frac{-1}{z^6}$, wobei z der Abstand der beiden Teilchen ist. Bei den komplexen Strukturen von Festkörpern reicht eine Zwei-Teilchen-Näherung jedoch nicht aus. Mit Hilfe der Hamaker-Integration können die Van der Waals Kräfte zwischen zwei makroskopischen Körpern berechnet werden. Dabei geht man von einer Kugel mit Radius r im Abstand z über einer glatten Oberfläche aus. Für die Van der Waals Kraft ergibt sich

$$F_{VdW}(z) = -\frac{Hr}{6z^2}$$

wobei H die materialspezifische Hamakerkonstante ist. Van der Waals Kräfte wirken gewöhnlich attraktiv.

2.5.2 Kapillarkräfte

Kapillarkräfte entstehen durch einen mehrere nm dicken Wasserfilm an der Probenoberfläche. Dieser Adsorbatfilm entsteht immer bei Messungen an Luft und wird durch kondensierendes Wasser gebildet. Der Kontakt der Spitze mit der Probe wirkt dabei zusätzlich als Kondensationskeim. Es kann sich ein Meniskus ausbilden, der eine attraktive Kraft auf die Spitze ausübt. Die Kapillarkraft lässt sich abschätzen zu

$$F_{Kapillar,max} = -4\pi r\sigma$$

wobei r der Spitzenradius und σ die Oberflächenspannung des Adsorbats ist. Kapillarkräfte sind langreichweitig und attraktiv.

2.5.3 Repulsive Kräfte

Bei Annäherung der Spitze an die Probe können sich die Elektronenorbitale überlappen, wobei das Pauli-Prinzip Elektronen im identischen Zustand verbietet. Die daraus resultierende Potentialerhöhung wird für gewöhnlich mit einer $\frac{1}{z^{12}}$ Proportionalität genähert. Die repulsiven Kräfte sind extrem kurzreichweitig, überwiegen jedoch Kapillar- und Van der Waals Kräfte ab einem Abstand kleiner $10nm$.

2.5.4 Adhäsionskräfte

Adhäsionskräfte treten bei Annäherung von Metallen durch Überlapp der Wellenfunktionen auf. Sie sind somit nur bei Verwendung von metallbedampften Spitzen in Kombination mit metallischen Proben relevant. In den anderen Fällen sind sie bereits im Van der Waals Modell berücksichtigt.

2.5.5 Lennard-Jones-Potential

Man kann die Summe aller attraktiven und repulsiven Kräfte im Lennard-Jones-Potential zusammenfassen. Es ergibt sich folgender Verlauf:

$$V(z) = 4\varepsilon\left(\left(\frac{\sigma}{z}\right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{z}\right)^6\right)$$

Wobei ε und σ empirische Konstanten sind.

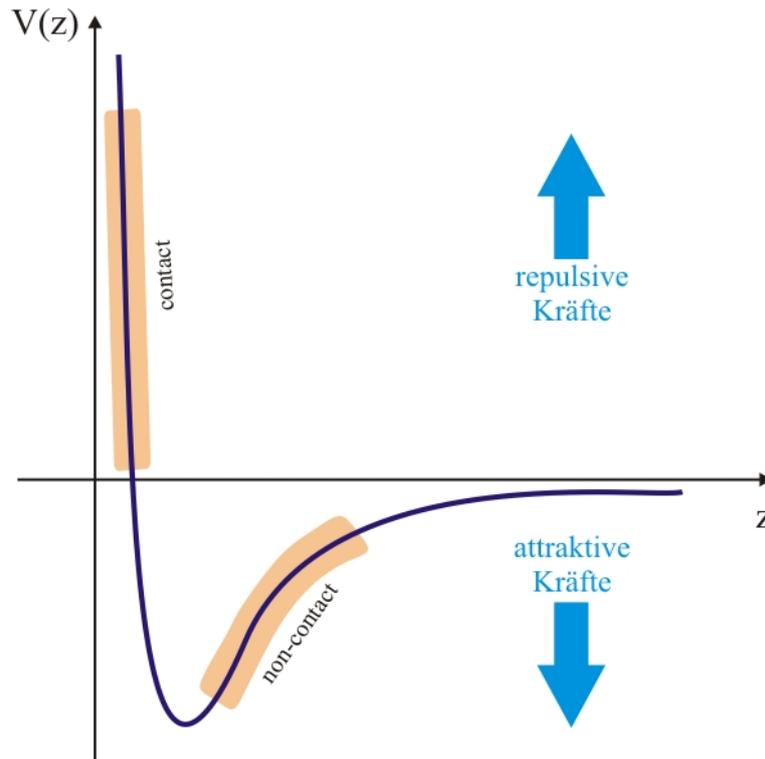


Abbildung 2: Schematischer Verlauf des Lennard Jones Potential

2.6 Kraft-Abstandskurven

Zur Untersuchung der Abstandsabhängigkeit der wirkenden Kräfte können mit den meisten Rasterkraftmikroskopen sog. Kraft-Abstandskurven aufgenommen werden. Dabei nähert man die Sonden spitze aus großem Abstand immer weiter der Probe an und misst über die Cantilever-Verbiegung die wirkende Kraft. Man beobachtet dabei folgendes Verhalten:

1. Ist die Spitze noch weit von der Probe entfernt, so wirkt keine messbare Kraft auf sie.
2. Nähert man sie weiter an, so überwiegen ab einem bestimmten Abstand die attraktiven Kräfte die Cantileverrückstellkraft und die Spitze wird schlagartig zur Oberfläche hingezogen. Dieser Punkt wird als "snap in" oder "jump to contact" bezeichnet. Bei weichen Oberflächen kann die Probe dabei beschädigt werden.
3. Bei weiterer Annäherung geht diese Auslenkung wieder in die Gleichgewichtslage zurück, da die kurzreichweitigen repulsiven Kräfte die attraktiven kompensieren.

4. Danach überwiegen bis zum Aufsetzen der Spitze die repulsiven Kräfte und lenken den Cantilever stark aus. Bei einer Probe ohne elastische Verformung der Oberfläche stellt sich die Kraft-Abstandskurve hier als Gerade dar.
5. Zieht man dann die Spitze zurück, sinkt mit dem Abnehmen der repulsiven Kräfte auch die Auslenkung des Cantilevers. Wenn hierbei eine Hysterese beobachtet wird, deutet dies auf eine Verformung der Probe hin.
6. Beim Zurückfahren bleibt die Auslenkung des Cantilevers oft bis weit über den snap in Abstand hinaus erhalten. Erst ab dem sog. "snap off" Abstand überwiegen die Rückstellkräfte des Cantilevers und bringen ihn schlagartig zurück in die Gleichgewichtslage.

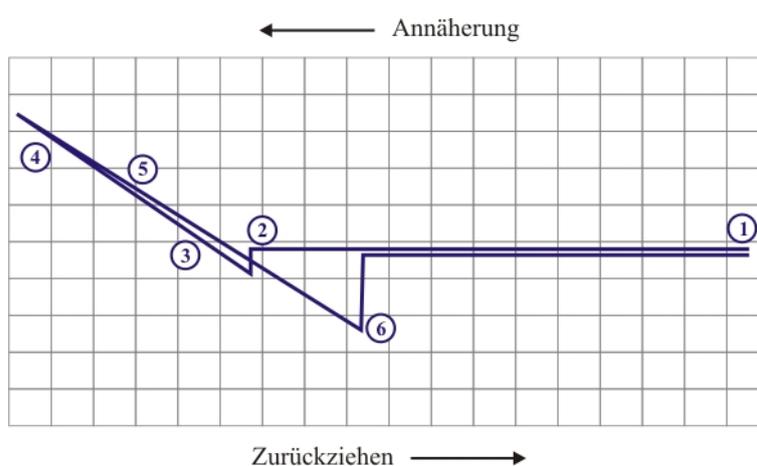


Abbildung 3: Schematischer Verlauf einer Kraft-Abstandskurve

Die Verzögerung des snap offs solcher Kraft-Abstandskurven wird im wesentlichen durch die Kapillarkräfte bestimmt. Andere Adhäsionskräfte spielen eine geringere Rolle. Demnach fällt dieser Effekt bei Messungen im Ultrahochvakuum geringer bzw. in Flüssigkeiten komplett aus. Da dort der Adsorbatfilm dünner bzw. nicht vorhanden ist.

Die auf den Cantilever wirkende Kraft lässt sich anhand der Auslenkung berechnen:

$$F_n = c_n S \Delta U_{TB}$$

wobei c_n die normale Federkonstante des Cantilevers, S die Sensitivität der Photodiode und ΔU_{T-B} die Differenzspannung an der Photodiode ist. Die Sensitivität kann hierbei aus der inversen Steigung der Kraft-Abstandskurve im linearen Bereich bestimmt werden. Als Kraftnullpunkt für das Differenzspannungssignal wird der nicht ausgelenkte Cantilever gewählt. Die normale Federkonstante ist meist vom Hersteller angegeben, lässt sich aber auch anhand von geometrischen Daten berechnen:

$$c_n = \frac{Ewt^3}{4l^3}$$

wobei t die Dicke, w die Breite, l die Länge und E das Elastizitätsmodul ist. Die Federkonstante hat Einfluss auf die Lage der snap in und snap off Abstände. Ist sie hoch, erfolgt der snap in später, da die Rückstellkraft die attraktiven Kräfte länger überwiegt. Der snap off ist dementsprechend früher.

3 Experimenteller Aufbau und Versuchsdurchführung

3.1 Aufgabe 0 - Funktionsweise eines Rasterkraftmikroskops

Die Fragestellung wurde in der Versuchsvorbereitung hinreichend behandelt.

3.2 Aufgabe 1 - Einfluss der Spitzegeometrie

Die sich ergebenden Scanlinien sind in der Versuchsauswertung zu sehen. Alle weiteren Fragestellungen wurden bereits in der Versuchsvorbereitung beantwortet.

3.3 Aufgabe 2 - Vermessung eines Liniengitters

Nachdem das Rasterkraftmikroskop durch uns und den Versuchsbetreuer justiert worden war, konnten wir mit der ersten Messung beginnen. Wir untersuchten ein präzise hergestelltes Liniengitter mit doppelsinusförmiger Struktur. Wir stellten die Regelung so ein, dass wir ein gutes Bild erhielten und gleichzeitig die Schwingungen auf dem Korrektursignal so gering wie möglich blieben. Wir wählten dazu folgende Einstellungen: $I - Gain = 11dV$ und $P - Gain = 11dV$.

Wir ließen die Probe je einmal in einem Scanwinkel von 0° und 90° abrastern. Dabei nahmen wir das Topographie-Signal auf und parallel dazu das Top-Bottom-Signal der Photodiode. Bei einem dritten und vierten Scan nahmen wir dann neben dem Topographie-Signal das Reibungs-Signal der Photodiode (Left-Right-Signal) auf. Die vierte Messung wurde hierbei gezoomt, also mit einem kleineren Untersuchungsbereich, durchgeführt. Der Scanwinkel betrug bei beiden Messungen 90° .

3.4 Aufgabe 3 - Kraft-Abstandskurven

Die Diskussion wurde bereits in der Versuchsvorbereitung geführt.

3.5 Aufgabe 4 - Berechnung der Federkonstanten

Die geometrischen Daten des Cantilevers sind beim Messprotokoll angeheftet. Die Berechnung findet sich in der Versuchsauswertung.

3.6 Aufgabe 5 - Kraft-Abstandskurve eines Liniengitters

Die Kraft-Abstandskurve wurde gemäß der Aufgabenstellung aufgenommen. Als Probe wurde das Liniengitter aus Aufgabe 2 verwendet.

3.7 Aufgabe 6 - Auflösungsvermögen

Siehe Versuchsauswertung.

3.8 Aufgabe 7 - Vermessung einer CD-ROM

Die CD-ROM wurde wie in der Aufgabenstellung präpariert und von uns mit dem Rasterkraftmikroskop untersucht. Wir nahmen zwei Messungen vor und registrierten jeweils das Topographie-Signal zusammen mit dem Reibungs-Signal. Wir erwarten bei dieser Probe deutlich ausgeprägtere Lateralkraftänderungen, da die Oberfläche verglichen mit dem Liniengitter aus Aufgabe 2 erheblich unebener ist. Insbesondere an den Pits sollten hohe Lateralkraftwerte auftreten, da sich die Cantileverspitze leicht verhaken kann.

Zusätzlich führten wir noch eine gezoomte Messung von Topographie- und Reibungs-Signal der CD-ROM aus.

3.9 Aufgabe 8 - Gedankenexperiment zu Lateralkräften

Siehe Versuchsauswertung.

3.10 Aufgabe 9 - Vergleich der Lateralkraftaufnahmen von Liniengitter und CD-ROM

Siehe Versuchsauswertung.

4 Versuchsauswertung

Im Rahmen der Versuchsauswertung wurden, soweit nichts anderes erwähnt, ROOT¹ und MATHEMATICA² zur Fehlerrechnung und grafischen Darstellung der Messergebnisse verwendet. Darüber hinaus wurden die gängigen Formeln für Stichprobenmittelwert, Stichprobenvarianz und Gauß'scher Fehlerfortpflanzung verwendet. Bei korrelierten Fehlern wird ggf. die Größtfehlerabschätzung anstelle der Gauß'schen Fehlerfortpflanzung verwendet, sofern nicht alle Elemente der Kovarianzmatrix bekannt sind. Darauf wird jedoch im Text explizit hingewiesen.

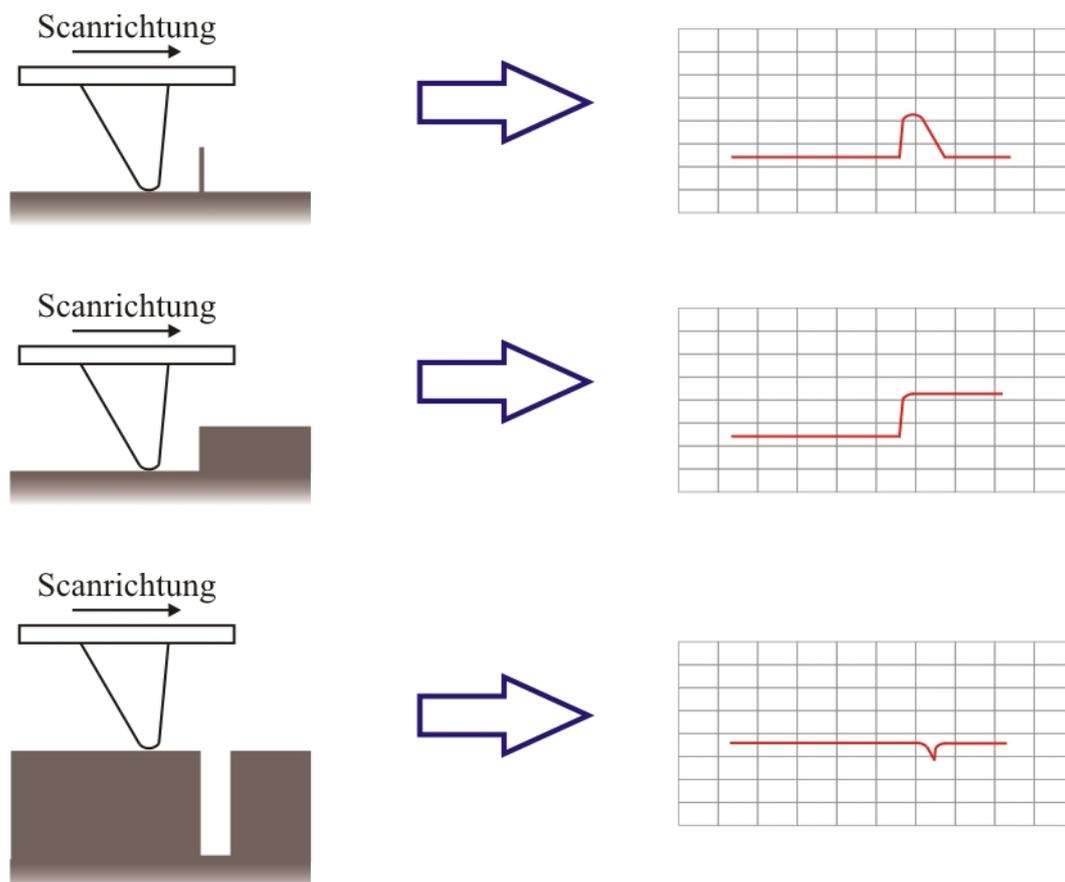
Weiterhin wurde ein Programm (Abbildung 4) auf dem Praktikumsrechner zur Untersuchung der Topographie-Bilder verwendet., dessen Funktionsweise in Aufgabe 2 kurz erläutert wird.

4.1 Aufgabe 0 - Funktionsweise eines Rasterkraftmikroskops

Die Fragestellung wurde in der Versuchsvorbereitung hinreichend behandelt.

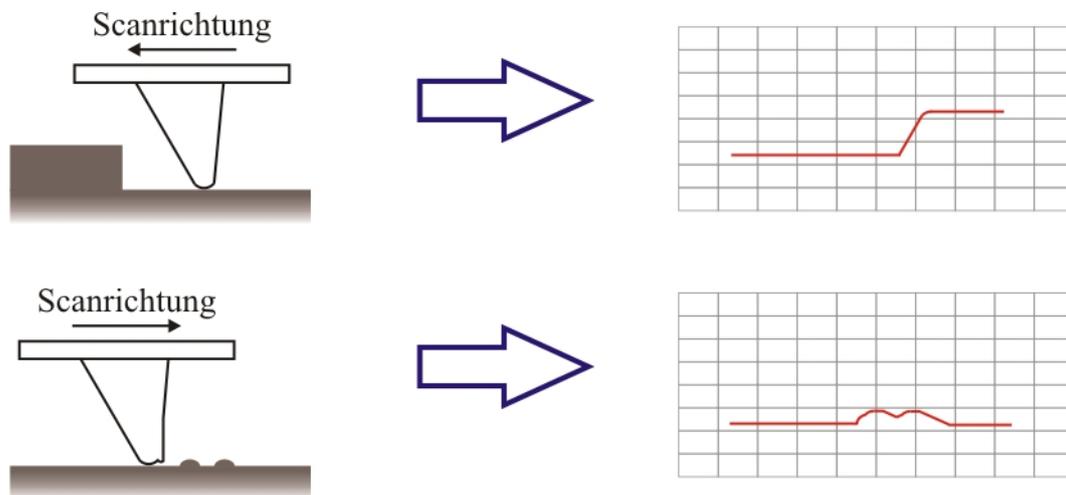
4.2 Aufgabe 1 - Einfluss der Spitzengeometrie

Mit Hilfe theoretischer Überlegungen ergeben sich die folgenden Scanlinien:



¹<http://root.cern.ch>

²<http://www.wolfram.com>



Man erkennt deutlich wie an Kanten die Form der Spitze das Messsignal beeinflusst. Bei tiefen Topographiedetails kann die Spitze nicht komplett eindringen und gibt daher ein deutlich abgeflachtes Bild wieder. Ist die Spitze zusätzlich verdreht, verstärkt sich dieser Effekt. Kleine Details werden verfälscht und verbreitert wiedergegeben.

4.3 Aufgabe 2 - Vermessung eines Liniengitters

Unsere Messungen lieferten die Topographie- und Lateralkraft-Bilder, welche in den Abbildungen 5, 6, 7, 8 dargestellt sind.

Zur Regelqualität lässt sich sagen, dass das Korrektursignal relativ gleichmäßig war, wie in den Abbildungen 5 und 6 zu sehen ist. Das Top-Bottom-Signal weist nur leichte Schwankungen auf. In Abbildung 7 erkennt man beispielsweise auf dem rechten oberen Bild im Bereich rechts unten einige Abbildungsartefakte, die zu erhöhten Lateralkräften geführt haben. Man sieht diese auch auf dem Topographie-Signal. Wir vermuten, dass der Cantilever bei unserer oder einer früheren Messung die Oberfläche an dieser Stelle beschädigt hat.

Mit Hilfe der Scansoftware (Abbildung 4) konnten wir anschließend die Linienbreiten und Höhen des Gitters bestimmen. Dazu legten wir eine Profillinie durch das Bild und ließen uns die Messwerte entlang dieses Profils als Diagramm anzeigen. Dort konnten Punkte markiert werden, deren Abstand sowie Höhenunterschied automatisch berechnet wurde.

Wir erhielten damit die in Tabelle 1 angegebenen Messwerte für den Abstand und die Höhe der Gitter-Peaks.

Höhe [nm]	Abstand [μm]	Höhe [nm]	Abstand [μm]
101	1,056	79,3	1,05
86,1	1,047	83,9	1,05
84,6	1,056	85,4	1,04
9,9	1,056	110	1,03
87,5	1,056	88,1	1,02
87,5	1,047	82,4	1,03
89	1,037	74,1	1,03

Tabelle 1: Messwerte für das Liniengitter bei Scanwinkel 0° (links) und Scanwinkel 90° (rechts)

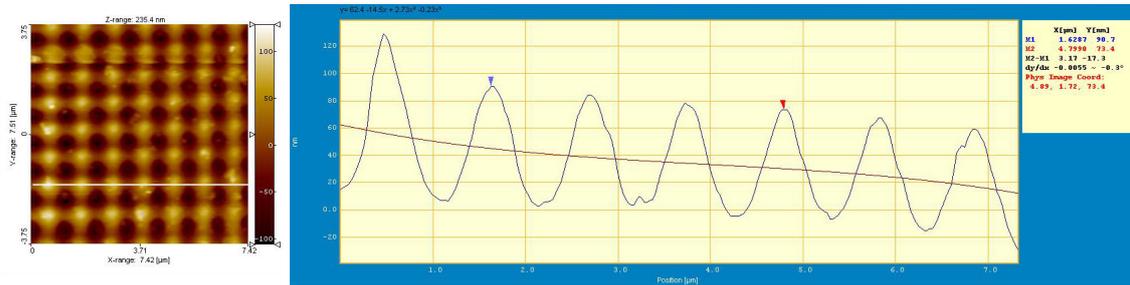


Abbildung 4: Elemente der Auswertungssoftware: Untersuchtes Bild (links) mit Profillinie (weißer Strich). Messwerte entlang der Profillinie (rechts) und Punkte (roter und blauer Pfeil) zur automatischen Abstandsdifferenzbildung (Legende rechts).

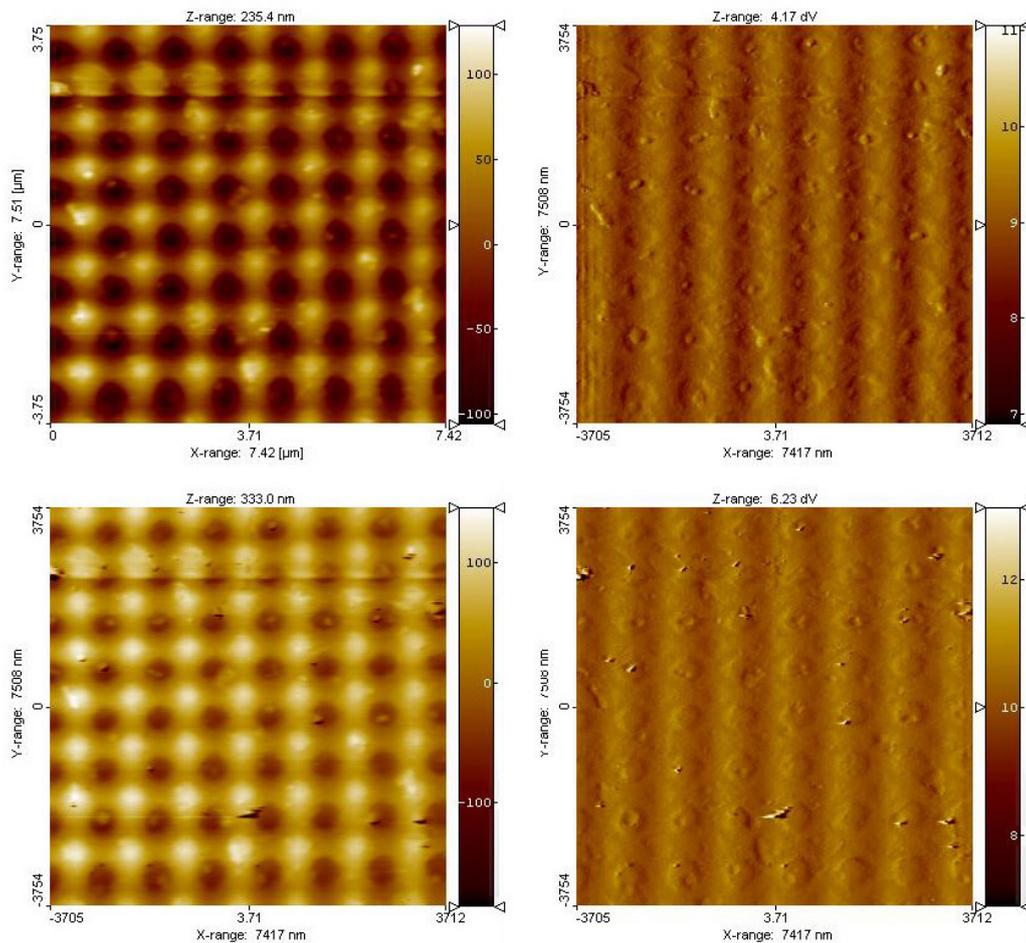


Abbildung 5: Liniengitter bei Scanwinkel 0° und ScanRange von ca. $7,5\mu\text{m}$. Topographiesignal (links) und Top-Bottom Signal der Photodiode (rechts) in Vorwärtsrichtung (oben) und Rückwärtsrichtung (unten)

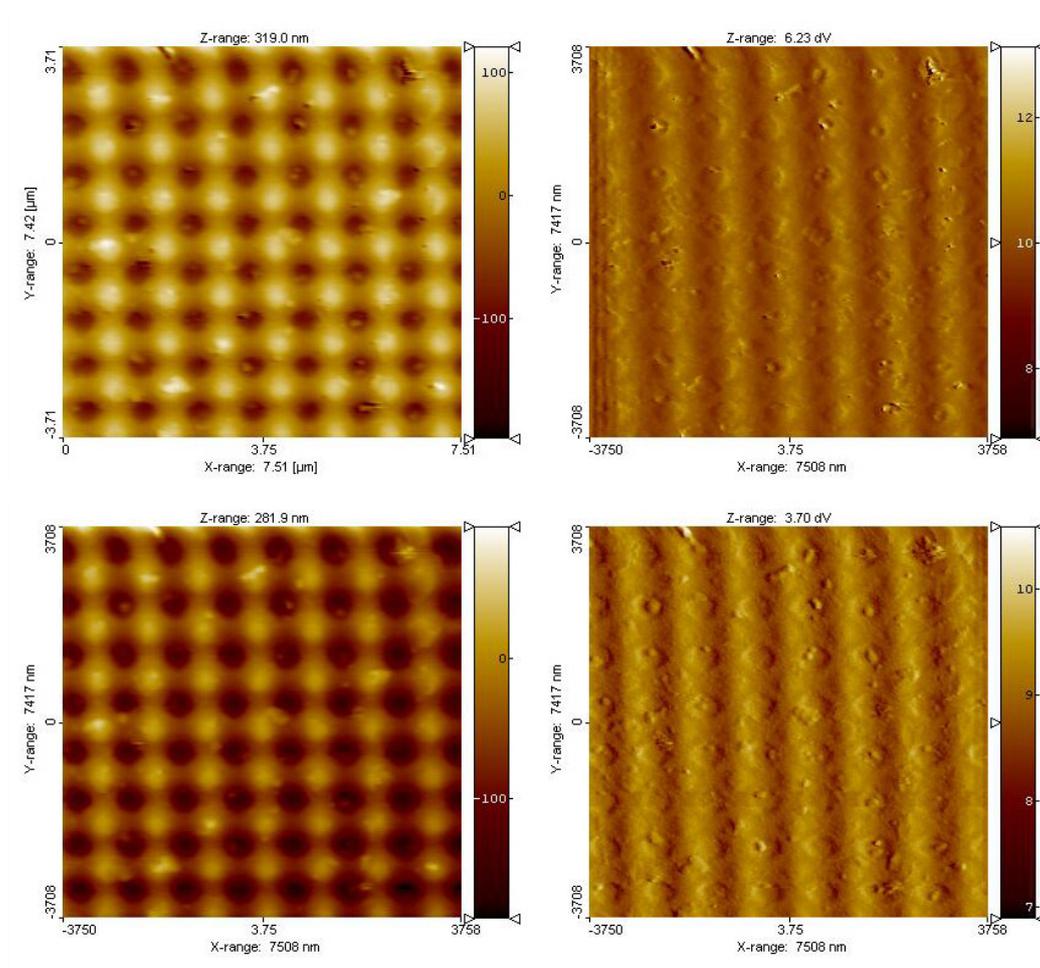


Abbildung 6: Liniengitter bei Scanwinkel 90° und ScanRange von ca. $7,5\mu\text{m}$. Topographiesignal (links) und Top-Bottom Signal der Photodiode (rechts) in Vorwärtsrichtung (oben) und Rückwärtsrichtung (unten)

Womit sich folgende Mittelwerte ergeben:

$$h_{0^\circ} = 86,5143\text{nm} \pm 1,0148\text{nm}$$

$$b_{0^\circ} = 1,0507\mu\text{m} \pm 0,0056\mu\text{m}$$

$$h_{90^\circ} = 86,1714\text{nm} \pm 4,9281\text{nm}$$

$$b_{90^\circ} = 1,0357\mu\text{m} \pm 0,0023\mu\text{m}$$

Vergleicht man diese mit den genau bekannten Soll-Werten des Gitters $b = l = 1\mu\text{m}$ und $h = 75\text{nm}$, so lassen sich die relativen Korrekturfaktoren des Rasterkraftmikroskops errechnen.

In unserem Fall ergab sich folgende Korrekturfaktoren:

$$\Delta_{h_{0^\circ}} = 15,35\% \pm 1,35\%$$

$$\Delta_{b_{0^\circ}} = 5,07\% \pm 0,56\%$$

$$\Delta_{h_{90^\circ}} = 14,90\% \pm 6,57\%$$

$$\Delta_{b_{90^\circ}} = 3,57\% \pm 0,23\%$$

Die Kalibrierung des Systems auf diese Weise, mit nur einem Korrekturfaktor pro Auslenkung, hat den Nachteil, dass Nichtlinearitäten nicht kompensiert werden können. Wie bei den theoretischen Grundlagen über den Piezo-Effekt erwähnt, lässt die Ausrichtung der elementaren Dipole -und damit auf der Piezo-Effekt an sich- mit der Zeit nach, weswegen eine überhaupt regelmäßige Nachkalibrierung des Systems notwendig ist. Zudem verhält sich die Verformung des Kristalls nicht immer linear zur angelegten Spannung, was mit Hilfe von mehreren Korrekturfaktoren pro Auslenkungsrichtung korrigiert werden könnte. Somit lassen sich mit den gewonnenen Korrekturfaktoren nur Aussagen über Aufnahmen bei einer ScanRange von ca. $7,5\mu\text{m}$ machen.

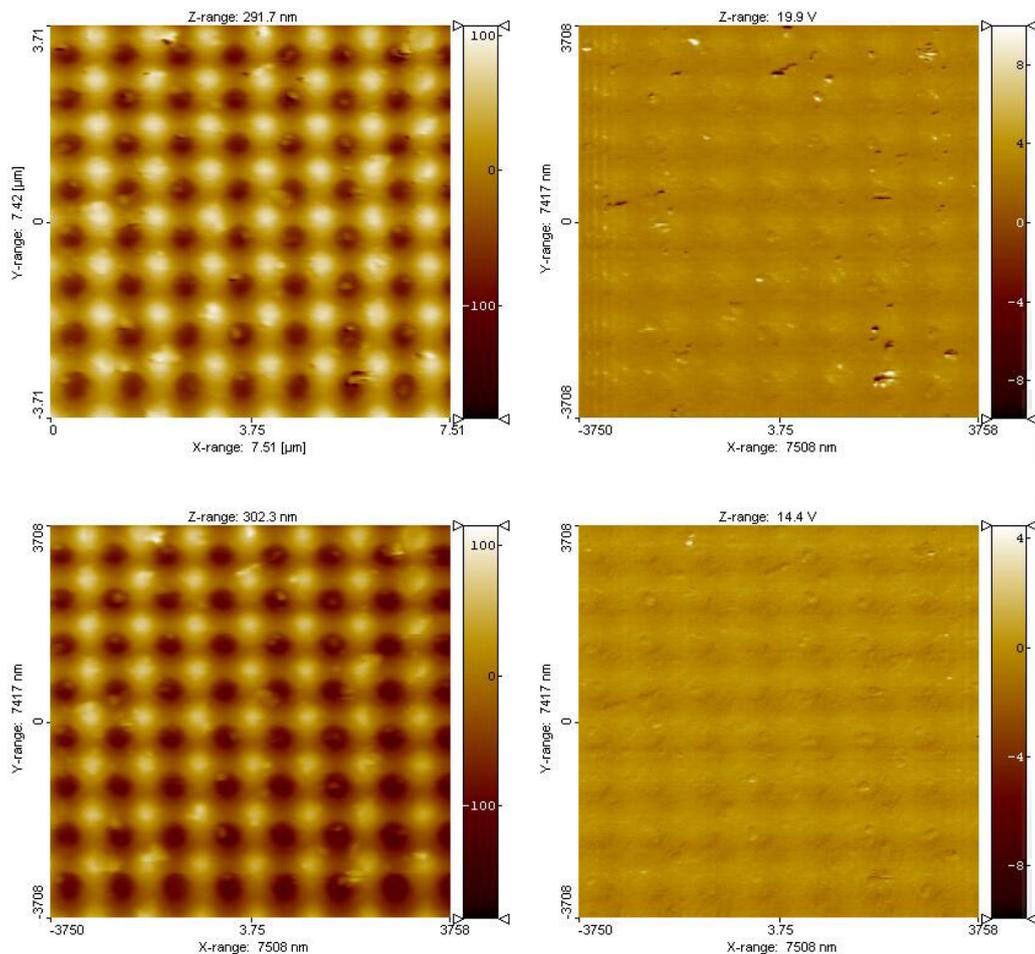


Abbildung 7: Liniengitter bei Scanwinkel 90° und ScanRange von ca. $7,5\mu\text{m}$. Topographiesignal (links) und Reibungs-Signal (rechts) in Vorwärtsrichtung (oben) und Rückwärtsrichtung (unten).

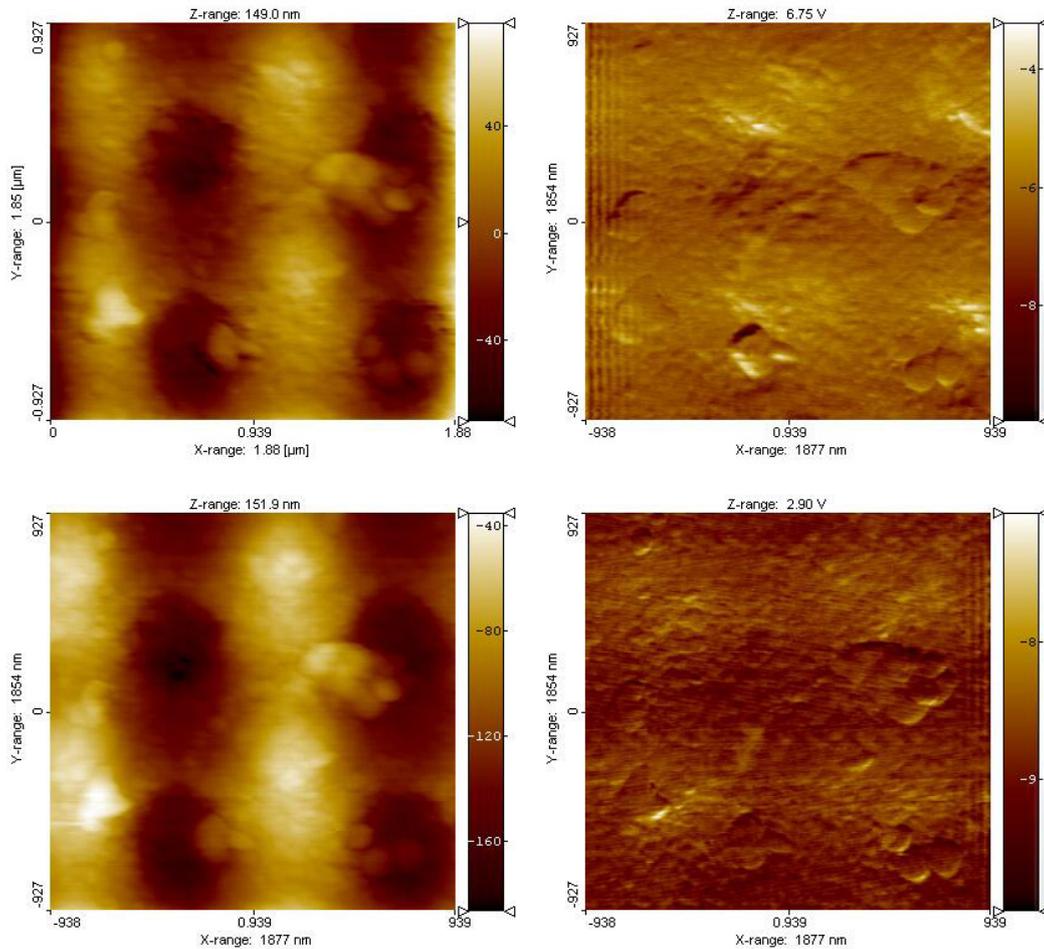


Abbildung 8: Liniengitter bei Scanwinkel 90° und ScanRange von ca. $1,7\mu\text{m}$. Topographiesignal (links) und Reibungs-Signal (rechts) in Vorwärtsrichtung (oben) und Rückwärtsrichtung (unten).

4.4 Aufgabe 3 - Kraft-Abstandskurven

Die Diskussion wurde bereits in der Versuchsvorbereitung geführt.

4.5 Aufgabe 4 - Berechnung der Federkonstanten

Mit Hilfe der Formel aus der Vorbereitung, dem gegebenen Elastizitätsmodul von Silizium $E_{Si-bulk, <110>} = 1,69 \cdot 10^{11} \text{N/m}^2$ und den Cantileverdaten Dicke $t = 2,0\mu\text{m} \pm 0,3\mu\text{m}$, Breite $w = 35\mu\text{m} \pm 3\mu\text{m}$ und Länge $l = 350\mu\text{m} \pm 5\mu\text{m}$ lässt sich die normale Federkonstante des verwendeten Cantilevers bestimmen.

$$c_n = \frac{Ewt^3}{4l^3} = 0,2758 \frac{\text{N}}{\text{m}} \pm 0,1269 \frac{\text{N}}{\text{m}}$$

Verglichen mit dem angegebenen Wert von $c_n = 0,3 \frac{\text{N}}{\text{m}} \pm 0,1 \frac{\text{N}}{\text{m}}$ ergibt sich eine gute Übereinstimmung.

4.6 Aufgabe 5 - Kraft-Abstandskurve eines Liniengitters

Die Messung lieferte uns die in Abbildung 9 dargestellte Kraft-Abstandskurve. Leider ist kein snap in zu erkennen. Der Betreuer hatte uns jedoch darauf hingewiesen, dass dieser Effekt wahrscheinlich nicht zu sehen sein würde. Zwischen den beiden Geraden bei Annäherung und Entfernung ist eine leichte Hysterese zu erkennen, was vermuten lässt, dass die Oberfläche bei der Messung leicht beschädigt wurde. Vielleicht ist dies ein Grund für die vielen Artefakte der Probe, welche oft mehrmals pro Woche im Praktikum punktiert wird. Man erkennt jedoch sehr deutlich den snap off.

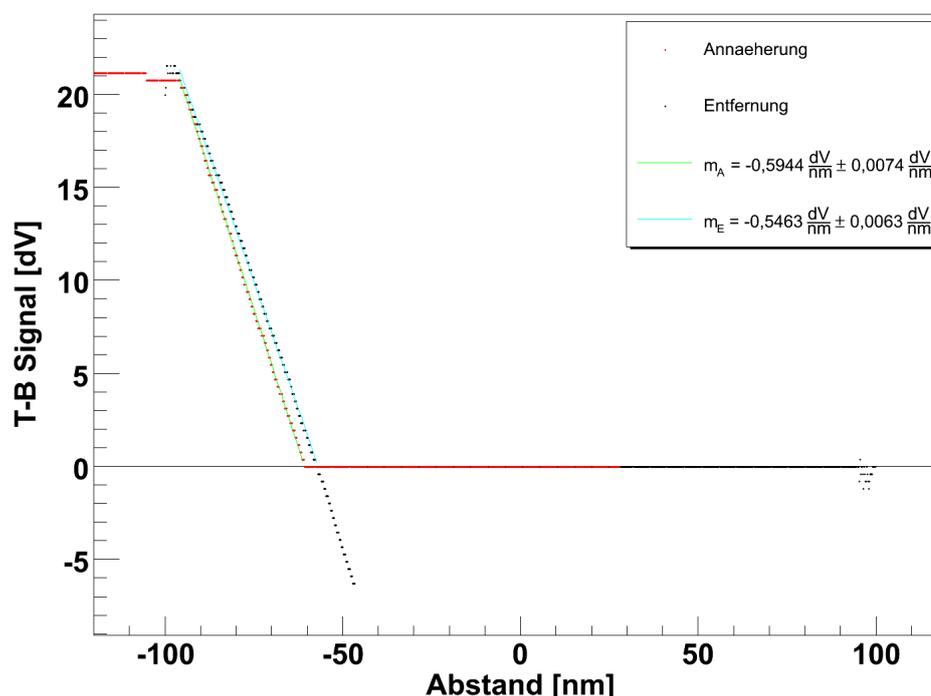


Abbildung 9: Kraft-Abstandskurve

Über eine lineare Regression im linear verlaufenden Teilbereich, bestimmen wir die Steigung der Kraft-Abstandskurve. Aus dem inversen Absolutwert dieser Steigung können wir die Sensitivität des Cantilevers ermitteln. Es ergibt sich als Mittelwert der beiden Steigungen:

$$S = 1,7564 \frac{nm}{dV} \pm 0,0085 \frac{nm}{dV}$$

Dies können wir verwenden um die maximale Auflagekraft F_{Aufl} des Cantilevers zu berechnen. Diese folgt aus der im Vorbereitungsteil angegebenen Formel mit dem von uns verwendeten Spannungs-Setpoint von $\Delta U = 0,1V$.

$$F_{Aufl} = c_n S \Delta U_{TB} = 4,8442nN \pm 2,2290nN$$

Zusätzlich ermitteln wir über das Hooke'sche Gesetz $F_{Adh} = c_n \Delta z$ die maximale Adhäsionskraft zwischen Spitze und Oberfläche. Dabei erhalten wir Δz aus dem rückziehenden Teil der Kraft-Abstandskurve. Die Auslenkung Δz ist gegeben als der Abstand zwischen Durchgang durch die

Gleichgewichtslage und snap off. Mit unseren Messdaten ergibt sich $\Delta z = 7,81nm$ und somit eine maximale Adhäsionskraft:

$$F_{Adh} = c_n \Delta z = 2,1540nN \pm 0,9911nN$$

Gemäß den theoretischen Vorhersagen liegen die Adhäsionskräfte in einem Bereich von $10^{-10} - 10^{-9}N$ was mit unserer Messung sehr gut übereinstimmt.

4.7 Aufgabe 6 - Auflösungsvermögen

Wir ermitteln die Ausdehnung, die ein Topographiedetail mindestens haben muss, damit die Messspitze das Messergebnis R_{mess} um weniger als $\varepsilon = 10\%$ vergrößert. Dabei nähern wir Spitze und Topographiedetail als Halbkugeln mit den Radien R und r (siehe Skizze auf dem Aufgabenblatt). Es gilt:

$$R^2 + R_{mess}^2 = (R + r)^2$$

Durch triviale Umformungen und unter der Bedingung, dass $R_{mess} = r + \varepsilon r$, ergibt sich:

$$r = \frac{2R}{\varepsilon^2 + 2\varepsilon} \approx 9,524R$$

Das Topographiedetail muss also ca. 9,5 mal so groß sein, wie die Messspitze, damit es um weniger als $\varepsilon = 10\%$ vergrößert wird.

4.8 Aufgabe 7 - Vermessung einer CD-ROM

Unsere Messung lieferte die in den Abbildungen 10, 11 und 12 dargestellten Topographie- und Reibungsbilder.

Die Topographiebilder zeigen deutlich die Pits und Lands über die die Daten auf der CD gespeichert sind. Auf den Reibungsbildern ist gut zu erkennen, dass sich die Lateralkraft bei dieser Probe wesentlich stärker ändert, verglichen mit dem Liniengitter aus Aufgabe 3.

Pitbreite [μm]	Pithöhe [nm]	Spurbreite [μm]
0,466	201	1,41
0,524	174	1,4
0,612	261	1,4125
0,524	195	1,505
0,524	133	1,430
0,583	154	–
0,496	136	–
0,555	146	–
0,467	163	–
0,496	184	–
0,544	240	–
0,525	153	–

Tabelle 2: Messwerte für die CD-ROM bei einem Scanwinkel von 90°

Mit Hilfe der Auswertesoftware haben wir die Tiefe und Breite der Pits, sowie den Trackabstand vermessen. Wir verwendeten dazu die selbe Methode wie in Aufgabe 3, legten jedoch die Profillinie natürlich so, dass wir senkrecht zu den Pit-Kanten messen konnten. Wir ermittelten die in Tabelle 2 angegebenen Werte.

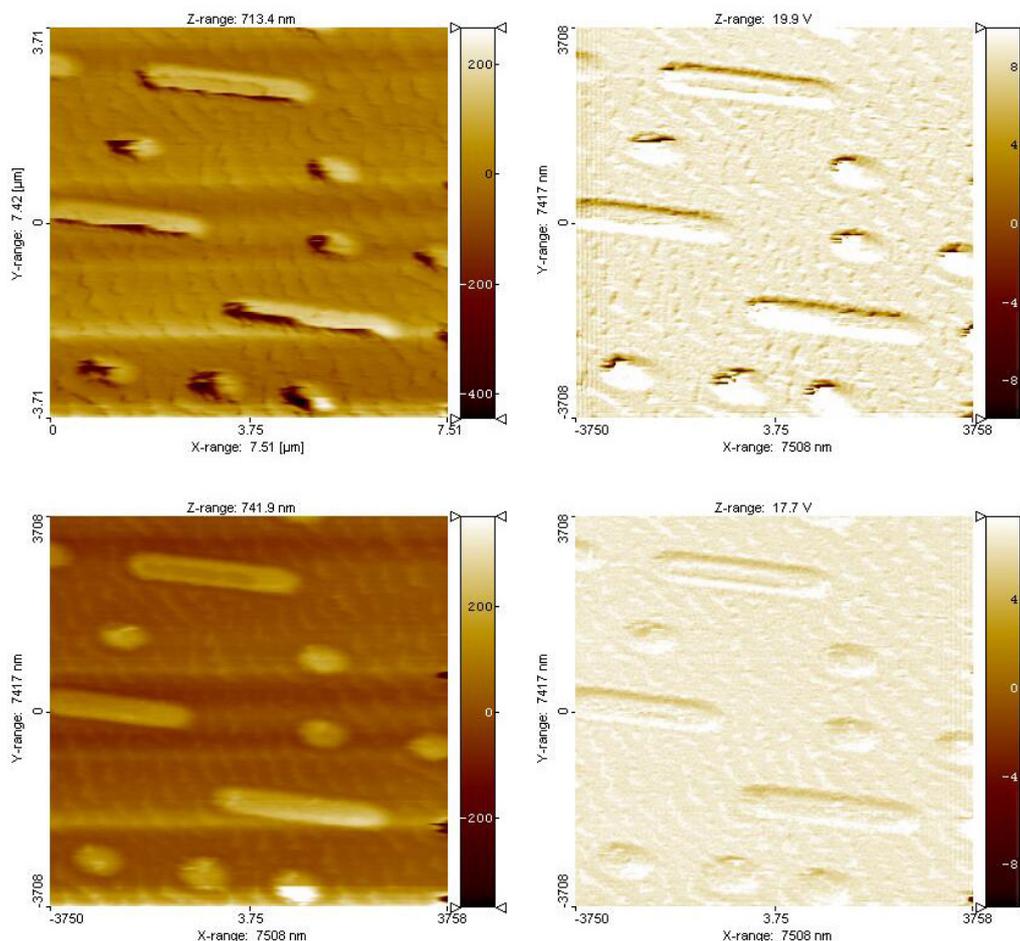


Abbildung 10: CD-ROM bei Scanwinkel 90° und ScanRange von ca. $7,5\mu\text{m}$. Topographiesignal (links) und Reibungs-Signal (rechts) in Vorwärtsrichtung (oben) und Rückwärtsrichtung (unten).

Aus den Messwerten ergaben sich folgende Mittelwerte:

$$b_{pit} = 0,5272\mu\text{m} \pm 0,0007\mu\text{m}$$

$$h_{pit} = 178,3333\text{nm} \pm 7,6383\text{nm}$$

$$b_{spur} = 1,4295\mu\text{m} \pm 0,0048\mu\text{m}$$

Ein Vergleich mit den angegebenen Soll-Werten Pit-Breite 500nm und Trackabstand $1,6\mu\text{m}$ zeigt, dass unsere gemessenen Werte recht gut übereinstimmen. Insbesondere da unser Breiten-Korrekturfaktor nicht besonders groß ist.

Den optimalen Höhenunterschied Δh von Pits und Lands kann man leicht errechnen. Das Laserlicht soll sich beim Übergang der Grenze destruktiv überlagern. Das heißt der Gangunterschied muss $\frac{1}{2} \cdot \frac{\lambda'}{2}$ betragen. Wobei $\lambda' = \frac{\lambda}{n}$ die Wellenlänge im Medium der CD ist und sich der Faktor $\frac{1}{2}$ durch

den doppelten Weg aufgrund der Reflektion ergibt. Mit $\lambda = 780 \text{ nm}$ und $n = 1,55$ ergibt sich also für den optimalen Höhenunterschied:

$$\Delta h = \frac{\lambda}{4n} = 125,81 \text{ nm}$$

Unser gemessener Höhenwert h_{pit} weicht davon um etwa 50 nm ab. Berücksichtigt man jedoch den in Aufgabe 2 ermittelten Höhen-Korrekturfaktor, so stimmt er relativ gut überein.

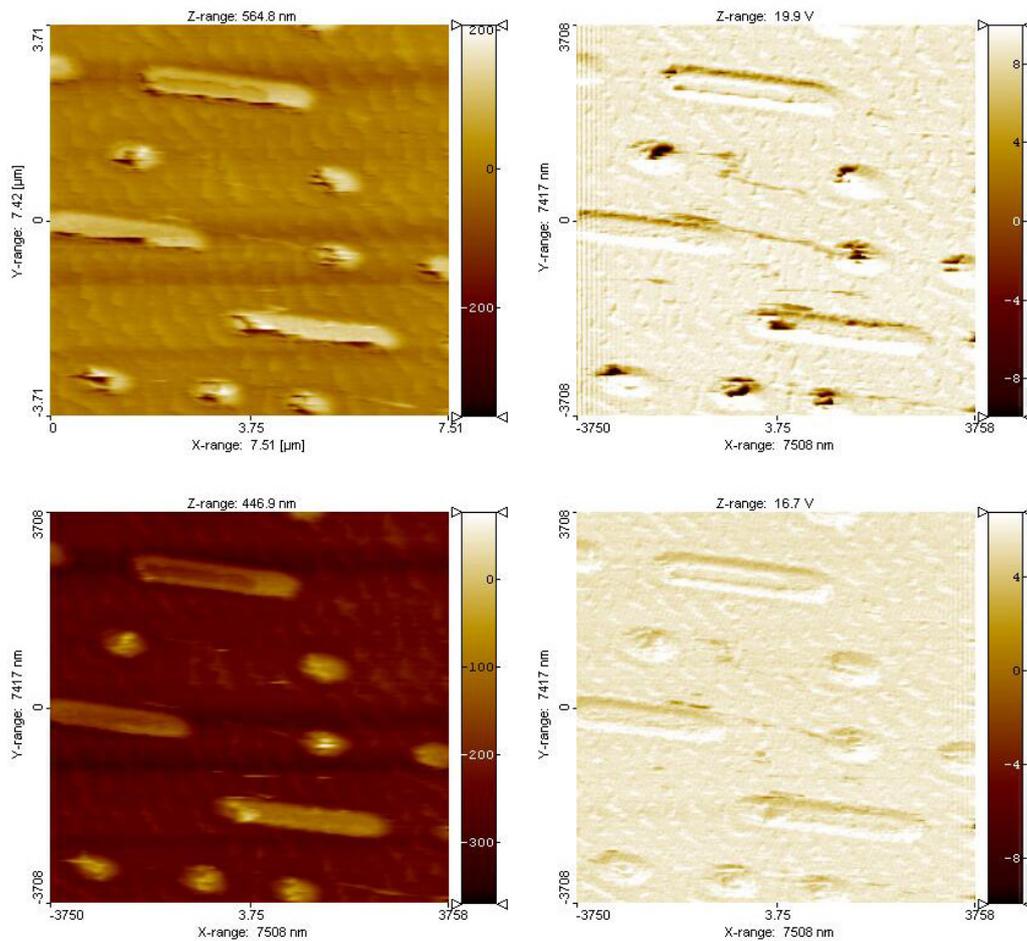


Abbildung 11: CD-ROM bei Scanwinkel 90° und ScanRange von ca. $7,5 \mu\text{m}$. Topographiesignal (links) und Reibungs-Signal (rechts) in Vorwärtsrichtung (oben) und Rückwärtsrichtung (unten).

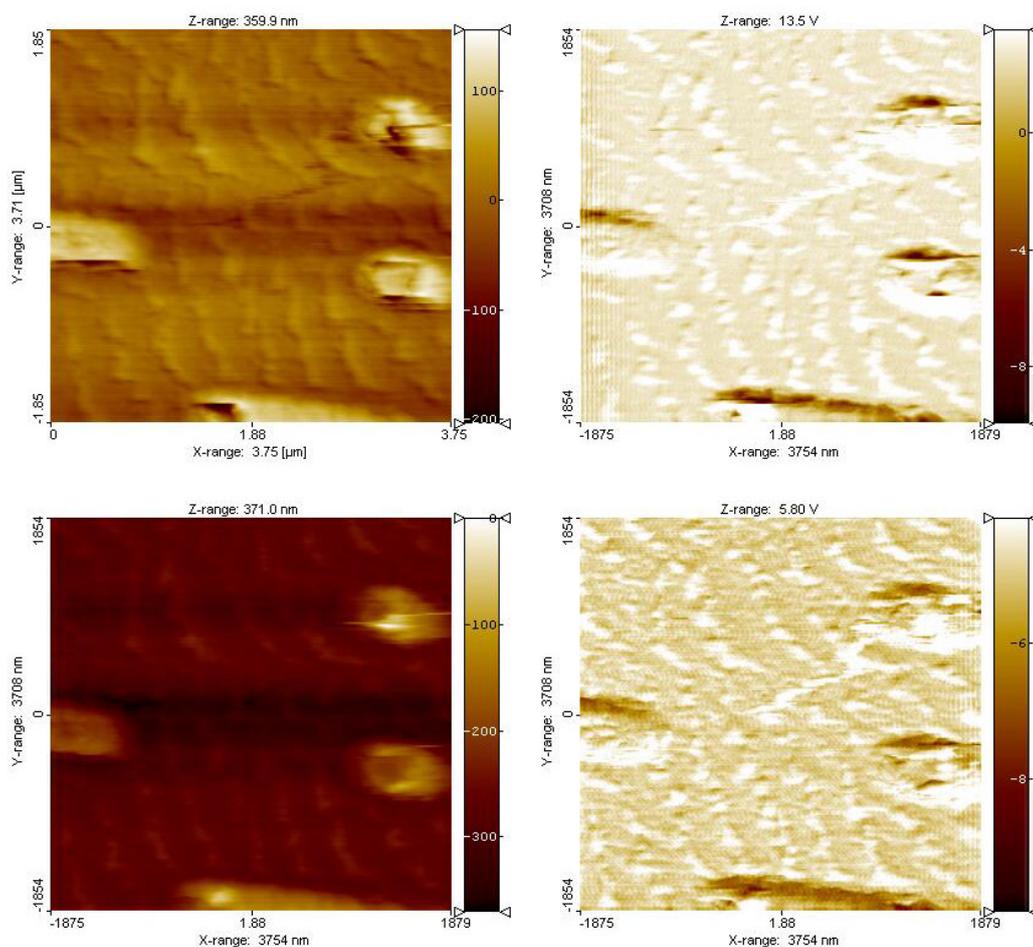


Abbildung 12: CD-ROM bei Scanwinkel 90° und ScanRange von ca. $3,7\mu\text{m}$. Topographiesignal (links) und Reibungs-Signal (rechts) in Vorwärtsrichtung (oben) und Rückwärtsrichtung (unten).

4.9 Aufgabe 8 - Gedankenexperiment zu Lateralkräften

Gemäß unseren Überlegungen ergibt sich der in Abbildung 13 dargestellte Verlauf für den Linienscan der Lateralkraft.

Zu Beginn steigt das L-R-Signal linear an. Die Spitze bewegt sich noch nicht, da die Reibungskräfte sie festhalten. Erst wenn die Torsionskraft des Cantilevers die Reibungskraft ausgleicht, beginnt die Spitze zu gleiten und das Signal wird konstant. Bis zu dem Punkt an dem es zu geringerer Reibung übergeht. Durch die Torsion des Cantilevers erfährt die Spitze einen "Kick", da die gegenhaltende Reibungskraft nun plötzlich geringer ist. Gleich darauf stellt sie sich jedoch wieder konstant ein. Am Umkehrpunkt kommt die Spitze vor Ende der Probe zum Stehen und bleibt verbogen.

Beginnt nun der Rückwärtsscan, so wird erst die Torsion des Cantilevers kompensiert, bevor er in die andere Richtung zu gleiten beginnt. Daher der lineare Abfall bis zur wieder konstanten Reibungskraft. Am Übergang zur höheren Reibung verhakt sich die Spitze kurz, weswegen wieder ein "Überschwingen" der Lateralkraft zu beobachten ist. Beim Weitergleiten stellt sich jedoch gleich wieder ein Gleichgewicht zwischen Torsion und Reibung ein, so dass ein konstanter Wert gemessen wird. Am Ende des Rückwärtsscans bleibt die Spitze wieder in Schrägstellung stehen. Wird nun

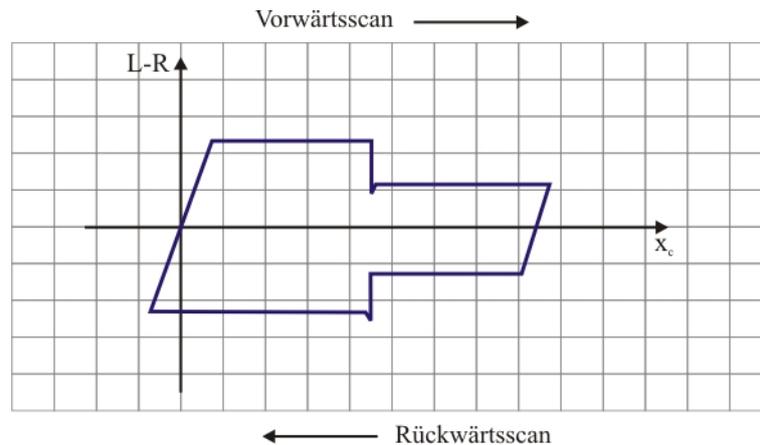


Abbildung 13: Lateralkraftverlauf beim Linienscan über Oberfläche mit zwei unterschiedlichen Reibungskoeffizienten.

die Spitze von der Probe entfernt oder durch Bewegungen des Cantilevers senkrecht gestellt, geht die Torsion ins Gleichgewicht zurück, was im Scan an dem linearen Anstieg zum Ausgangspunkt zu erkennen ist.

4.10 Aufgabe 9 - Vergleich der Lateralkraftaufnahmen von Liniengitter und CD-ROM

Der Vergleich der Lateralkraftaufnahmen von Gitter und CD-ROM zeigt deutlich stärkere Änderungen bei der CD. Die CD-Oberfläche ist also rauer und unebener als die des Gitters. Dies liegt daran, dass das Gitter hochpräzise hergestellt wurde und zwischen den Peaks einen doppelsinusförmigen Verlauf zeigt. Die scharfen Kanten der Pits erhöhen die Reibung, da sich die Cantileverspitze beim Abrastern an diesen verhaken kann.

Man kann Topographie- und Reibungsbilder leicht unterscheiden, wenn man Vorwärts- und Rückwärtsscan betrachtet. Die Topographiebilder sollten bei guter Justierung und symmetrischer Spitze identisch aussehen. Die Reibungsbilder hingegen, sollten Unterschiede zwischen Hin- und Rückrichtung zeigen. Im Idealfall befinden sich Maxima bzw. Minima gerade auf entgegengesetzten Seiten einer Oberflächenstruktur.