

Gruppe Nr. 110

Kurs: **Mo**

WS 2012 / 2013

Versuch: Rasterkraftmikroskop

Namen: Fleig, Georg

Krause, Marcel

Assistent: Dr. Roland Gröger

durchgeführt am: 03.12.2012

Protokollabgabe am: _____

Note gesamt

+

-

0

Datum: _____

anerkannt: _____

Bemerkung:

Physikalisches Fortgeschrittenenpraktikum

P3

Versuch:
Rasterkraftmikroskop

aus dem Teilgebiet
Festkörperphysik

Versuchsprotokoll

von

Georg Fleig (georg@leech.it)
Marcel Krause (mrrrc@leech.it)

Gruppe: **110**

Datum der Versuchsdurchführung:

03.12.12

I. Vorbereitung

Vorwort

Rasterkraftmikroskope (AFM) werden ähnlich wie Rastertunnelmikroskope (STM) eingesetzt um Oberflächen atomar aufgelöst darzustellen. Im Gegensatz zum STM hat das Rasterkraftmikroskop den Vorteil, dass auch Oberflächen untersucht werden können, welche nicht elektrisch leitend sind. In diesem Versuch wird ein solches Mikroskop verwendet um die Oberflächen verschiedener Proben zu analysieren. Zunächst sollen die theoretischen Grundlagen, welche für die Funktionsweise wichtig sind, erläutert werden.

Theoretische Grundlagen

Piezoelektrischer Effekt

Man unterscheidet zwischen direktem und indirektem piezoelektrischem Effekt. Bei ersterem kommt es durch gerichtete Krafteinwirkung zu einer Verschiebung der Ladungsträger und so zur Ausbildung von Dipolen. Die erzeugte Spannungsdifferenz kann über dem Material abgegriffen werden. Beim indirekten piezoelektrischen Effekt wird eine Spannung an das piezoelektrische Material angelegt. Der Effekt läuft daher gerade in umgekehrter Richtung ab. So kann die Kristallstruktur des Materials und damit der Körper selbst verformt werden. Diese Verformung erfolgt nicht immer instantan, man spricht dabei von *Piezocreep*.

Piezoelemente lassen sich daher verwenden um Proben sehr fein zu justieren. Sie erlauben Bewegungen im Sub-Angström-Bereich. Es werden meistens sogenannte Scanröhrchen verwendet, welche aus piezoelektrischem Material bestehen. Beispielsweise ferroelektrische Keramik der Form $Ba_xTi_yO_z$. An der Außenseite des Röhrchens befinden sich vier Elektroden zur x/y-Positionierung und an der Innenseite eine Ringelektrode zur z-Positionierung.

Funktionsprinzip des AFM

Das Rasterkraftmikroskop verwendet eine sehr feine Spitze zur Abtastung einer Probenoberfläche. Diese Spitze (tip) wird entweder direkt auf die Oberfläche gesetzt oder knapp darüber positioniert. Befestigt ist die Nadel an einem Träger, welcher als Cantilever bezeichnet wird. Die Probe wird mit Hilfe von Piezoelementen bewegt, wodurch sehr feine Bewegungen möglich sind, welche das schrittweise Abscannen der Probe ermöglichen. Wie in der Rastersondenmikroskopie üblich, wird die Probe zeilenweise abgerastert und die Wechselwirkung zwischen Sonde und Probenoberfläche beobachtet. Bei der Bewegung der Spitze über die Oberfläche verbiegt sich der Cantilever je nach Beschaffenheit der Oberflächenstruktur, die sich gerade unter der Nadel befindet. Die Stärke der Verbiegung des Cantilever ist ein Maß für die Profilhöhe der Oberfläche.

Die Verbiegung kann mittels Laserlicht optisch sehr genau bestimmt werden. Ein Laser wird auf die Rückseite des Cantilevers fokussiert und von dort auf eine Viersegmentphotodiode reflektiert. Die Veränderung der Intensitäten der vier Segmente liefert eine Information darüber, wie sich der Cantilever verbogen hat. Darauf wird bei der Diskussion der verschiedenen Messmodi genauer eingegangen.

Die Eigenschaften der Spitze und des Cantilevers sind dabei maßgeblich für die Art der Untersuchung und das Auflösungsvermögen der Apparatur. Feinere Spitzen liefern ein besseres Auflösungsvermögen,

jedoch steigt gleichzeitig die Empfindlichkeit, wodurch sie leichter beschädigt werden kann. Als Material wird typischerweise Silizium oder Siliziumnitrid verwendet. Um noch feinere Spitzen mit besserem Aspektverhältnis zu erhalten, werden Kohlenstoff-Nanoröhrchen auf übliche Siliziumspitzen angebracht. In Abbildung 1 ist die Aufnahme einer typischen Spitze dargestellt. Beim Cantilever werden in Balken-

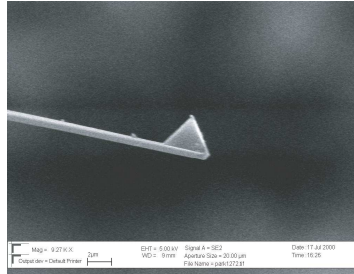


Abbildung 1: Aufnahme einer Messspitze (Quelle: [1]).

form oder als Dreieckshebel eingesetzt. Ihre Federkonstante und Elastizität variiert mit der Messmethode und der zu untersuchenden Oberfläche. Wichtig ist, dass die Resonanzfrequenz hoch genug liegt, um eine Einkopplung akustischer oder mechanischer Schwingungen zu verhindern. Abbildung 2 zeigt schematisch den Aufbau eines AFM.

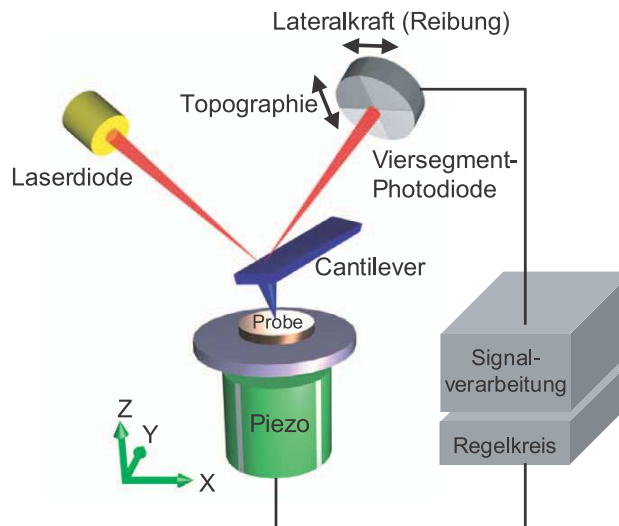


Abbildung 2: Schematische Darstellung des Rasterkraftmikroskops (Quelle: [1]).

Auflösungsgrenzen

Bei optischen Mikroskopen ist die Auflösungsgrenze durch

$$x_{\min} = \frac{\lambda}{n \cdot \sin \phi} \quad (1)$$

gegeben. Hier bezeichnet x_{\min} den kleinsten noch auflösbaren Abstand, λ die Wellenlänge des einfallenden Lichtes, n den Brechungsindex und $\sin \phi$ die numerische Apertur. Maßgeblich bei der Begrenzung der Auflösung ist hier üblicherweise die Wellenlänge des Lichtes.

Im Vergleich dazu ist das Auflösungsvermögen beim AMF hauptsächlich durch die Feinheit der Spitze

begrenzt. In Abbildung 3 ist dies graphisch dargestellt. Man kann deutlich erkennen, dass eine scharfe Spitze nötig ist um die kleinen Abstände zwischen den Kreisen zu detektieren. Im Idealfall nimmt die Spitze die Form eines Delta-Peaks an. Weiterhin führen Rundungen der Spitze und Topographiewinkel,

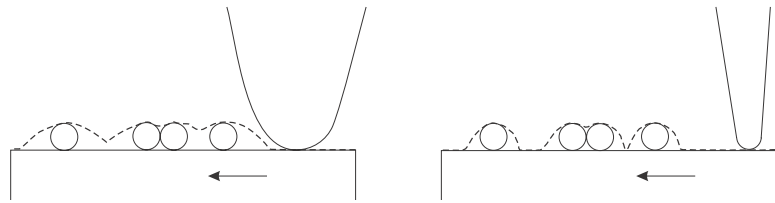


Abbildung 3: Oberflächenabbildung mit stumpfer und scharfer Spitze (Quelle: [1]).

welche größer als der Spitzenwinkel sind, zu Fehlern und begrenztem Auflösungsvermögen. Im Extremfall eines Delta-Peaks in der Topographie der Probe, ergibt sich als Ergebnis des Scans ein um 180° gedrehtes Abbild der Spitze.

Diese Verfälschungen des Messsignals, welche durch geometrische Effekte hervorgerufen werden, bezeichnet man als Spitzenartefakte. Es ist daher wichtig die Scans auf solche Artefakte hin zu untersuchen um sie nicht mit der tatsächlichen Topographie zu verwechseln.

Verschiedene Messmodi

Constant Height Mode

Die Spitze befindet sich in einer konstanten Höhe über der Probe, wodurch es zu einem fast ständigen Kontakt zwischen Spitze und Probe kommt. Je nach Topographie der Probe verbiegt sich beim Scan der Cantilever, wodurch es an den vier Segmenten der Photodiode zu Spannungsänderungen kommt. Die Differenz der Spannungen des oberen und des unteren Segmentes der Photodiode (T-B-Differenzsignal) wird als Maß für die Verbiegung verwendet. Da sich der Cantilever nur begrenzt verbiegen kann, ist es möglich, dass dieser beschädigt wird.

Neben der Verbiegung des Cantilevers kann es durch Reibungskräfte auch zu einer Torsion kommen, welche anhand der Signaldifferenz zwischen dem linken und dem rechten Segment der Photodiode gemessen werden kann. Generell lassen sich Topographieänderungen über das T-B-Signal und Änderungen der Reibungskräfte mit dem L-R-Signal gleichzeitig messen. Die Kräfte können bei der Messung aber auch das jeweils andere Signal verändern, was bei der Interpretation der Rasterbilder berücksichtigt werden muss. Generell kann das Lateralbild von dem Topographiebild unterschieden werden, indem ein Scan in Vorwärts- und in Rückwärtsrichtung durchgeführt wird. Beim Lateralbild ergibt sich aufgrund der inversen Reibungseigenschaften bei Kombination der Bilder aus beiden Scanrichtungen eine Hystereschleife.

Constant Force Mode

Im Constant Force Mode steht die Spitze ebenfalls in direktem Kontakt zur Probe, allerdings wird die Höhe der Spitze permanent so nachgeregelt, dass das Signal an der Photodiode und damit die Verbiegung des Cantilevers konstant bleibt. So kann die Oberfläche ohne Beschädigung des Cantilevers gerastert werden.

Tapping Mode

Ohne permanenten direkten Kontakt kommt der Tapping Mode aus. Die Probenoberfläche wird entweder gar nicht oder nur sehr kurz durch Antippen berührt. Dadurch kann verhindert werden, dass die Oberfläche oder die Spitze beim Rastern beschädigt wird. Der Cantilever wird durch äußere Anregung eines Piezokristalls in Schwingung versetzt, die seiner Eigenfrequenz entspricht. Der Cantilever kann nun als gedämpfter harmonischer Oszillator betrachtet werden. Nähert sich die Spitze der Probe an, so wird die effektive Federkonstante des Cantilevers verändert. Dies wiederum führt zu einer Veränderung der Amplitude oder des Phasensignals. Neben dem Vorteil der geringen Krafteinwirkung auf Probe und Cantilever liefert diese Messmethode aber auch der Nachteil, dass die Reibungskräfte zwischen Oberfläche und Spitze nicht gemessen werden können.

Kräfte zwischen Körpern

Die Kräfte zwischen Spitze und Probe besteht aus einer Superposition von verschiedenen attraktiven und repulsiven Kräften. Da das exakte Zusammenspiel der Kräfte ein komplexes Vielteilchensystem darstellt, soll hier nur auf die einzelnen Kräfte selbst eingegangen werden.

Van-der-Waals-Kräfte

Van-der-Waals-Kräfte entstehen durch die Wechselwirkung von Dipolen zweier Moleküle. Diese attraktiven Kräfte dominieren bei kleinen Abständen von einigen Ångström bis 10 nm bei elektrisch neutralen und nichtmagnetischen Molekülen. Für die VdW-Kraft zwischen zwei makroskopischen Körpern gilt

$$F_{\text{Vdw}} \sim -\frac{1}{z^2}. \quad (2)$$

Unter der Annahme von Wasser als Zwischenmedium und einer Spitze mit Radius $r = 10 \text{ nm}$ im Abstand $z = 1 \text{ nm}$ ergibt sich eine Kraft von $F_{\text{Vdw}} = 1,6 \cdot 10^{-10} \text{ N}$.

Kapillarkräfte

Bei Messungen an der Luft entstehen Kapillarkräfte aufgrund eines mehreren Nanometer dicken Wasserfilms auf der Probenoberfläche. Wasser lagert sich zwischen Probe und Messspitze an und bildet einen Meniskus aus. Die dabei entstehende langreichweitige, attraktive Kraft wird über

$$F_{\text{kapillar,max}} = -4\pi R\sigma \quad (3)$$

angegeben. R bezeichne hier den Spitzenradius und σ die Oberflächenspannung des Adsorbats. Für dieselben Annahmen wie oben und Wasser als Adsorbat erhält man eine Kraft von $F_{\text{kapillar,max}} = 9,3 \cdot 10^{-9} \text{ N}$.

Repulsive Kräfte

Die repulsiven Kräfte sind sehr kurzreichweitig und entstehen durch Überlappung der Elektronenorbitale. Nach dem Pauli-Prinzip können Elektronen nicht denselben Energiezustand einnehmen am selben Ort einnehmen. Durch Annäherung erhöht sich die potentielle Energie nach einem Potentialver-

lauf mit einer $1/r^{12}$ Proportionalität. Bei großen Abständen wie zuvor angenommen, kann die Kraft vernachlässigt werden. Im Abstand von 1 \AA ist die repulsive Kraft allerdings dominierend mit einer Größe von $F_{\text{rep}} \approx 10^{-8} \text{ N}$.

Lennard-Jones Potential

Eine Zusammenfassung der repulsiven und attraktiven Anteile liefert das Lennard-Jones Potential mit

$$V(z) = 4\epsilon \left[\left(\frac{\sigma}{z} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{z} \right)^6 \right]. \quad (4)$$

ϵ und σ sind empirische Konstanten. Der Verlauf des Lennard-Jones Potentials ist in Abbildung 4 dargestellt.

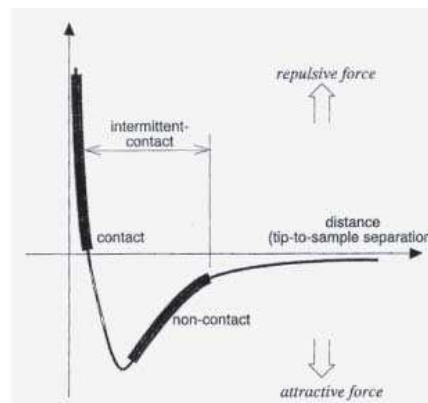


Abbildung 4: Lennard-Jones Potential (Quelle: [1]).

Kraft-Abstands-Kurven

Mit Hilfe sogenannter Kraft-Abstands-Kurven können Aussagen über die Abstandsabhängigkeit der Kräfte zwischen Probe und Spitze getroffen werden. Zunächst wird die Spitze bis zum vollständigen Kontakt auf die Oberfläche der Probe gefahren und anschließend wieder entfernt. Gleichzeitig wird die Verbiegung des Cantilevers gemessen. Eine solche Kurve ist schematisch in Abbildung 5 dargestellt. Zunächst wird die Spitze langsam der Probe angenähert, die Auslenkung des Cantilevers konstant. Ab einem gewissen Punkt (2), welcher als *snap in* bezeichnet wird, wird der Cantilever schlagartig nach unten gezogen, da die attraktiven Kräfte hier überwiegen. Bei weiterer Annäherung dominieren nun die repulsiven Kräfte, der Cantilever wird wieder nach oben gebogen. Bei harten Probenoberflächen ist dieser Verlauf weitgehend linear. Wird die Probe wieder abgezogen, so wird die Spitze nach einiger Zeit wieder nach unten gezogen über die Nulllage hinaus (5). Dies liegt daran, dass die kapillaren Kräfte hier dominieren. Es kommt zum *snap off* und der Cantilever kehrt in seine unausgelenkte Lage zurück, wo er verbleibt. Bei Messungen im Ultrahochvakuum oder in Flüssigkeiten ist die durch die kapillaren Kräfte erzeugte Hysterese sehr viel schwächer ausgeprägt, da der Flüssigkeitsfilm sehr dünn ist, bzw. gar nicht mehr vorhanden ist.

Bei kleineren Cantileverfederkonstanten kommt es früher zum *snap in* und später zum *snap off*. Die Punkte 2 und 5 verschieben sich also nach rechts im Schaubild 5. Des Weiteren verringert sich die Stei-

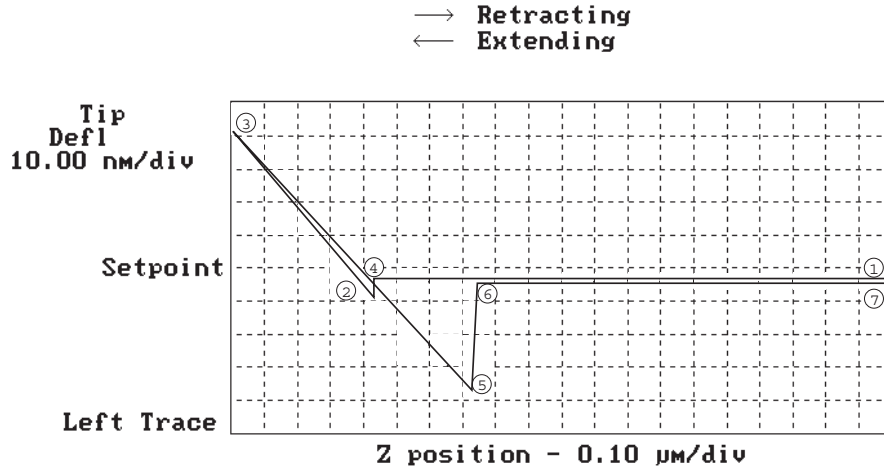


Abbildung 5: Kraft-Abstand-Kurve (Quelle: [1]).

gung zwischen den Punkte 2 und 3 sowie zwischen den Punkten 3 und 5.

Nach dem Hookschen Gesetz gilt für die Normalkraft F_n des Cantilevers auf die Oberfläche der Probe

$$F_n = c_n S \Delta U_{T-B}. \quad (5)$$

Mit der normalen Federkonstanten c_n , der Sensitivität S in nm/V und dem Differenzsignal der Photodiode ΔU_{T-B} . Definiert man das Differenzsignal des nicht ausgelenkten Cantilevers als Kraftnullpunkt, so lässt sich die Sensitivität S auch aus der inversen Steigung des linearen Bereichs der Kurve bestimmen. Die normale Federkonstante c_n des Cantilevers wird meist vom Hersteller angegeben, kann aber auch aus den geometrischen Daten berechnet werden. Es gilt

$$c_n = \frac{E w t^3}{4 l^3}. \quad (6)$$

Hier bezeichnet E den Elastizitätsmodul, t die Dicke, w die Breite und l die Länge des Cantilevers.

Der Kurvenverlauf kann außerdem genutzt werden, um die maximale Adhäsionskraft F_{Adh} zu bestimmen. Für diese gilt

$$F_{Adh} = c_n \Delta z, \quad (7)$$

wobei Δz der Unterschied im Abstand zwischen den Punkten 4 und 5 in der Kurve ist. Üblicherweise liegen diese Kräfte in einem Bereich von 10^{-10} bis 10^{-7} N.

Aufgabe 1: Einfluss der Spitzengeometrie

In den theoretischen Grundlagen wurde bereits der Einfluss der Spitzengeometrie auf das Auflösungsvermögen diskutiert. Daraus ergeben sich die in Abbildung 6 dargestellten Scanlinien von 5 Szenarien. Die Scanlinien machen deutlich, dass das Rasterbild sehr von der Form der Spitze abhängt. Gerade wenn es um enge Vertiefungen geht, kann eine dicke Spitze diese fast gar nicht auflösen. Generell können nur Objekte korrekt aufgelöst werden, deren Ausmaße größer als die der Spitze sind. Manche Spitzenarte-

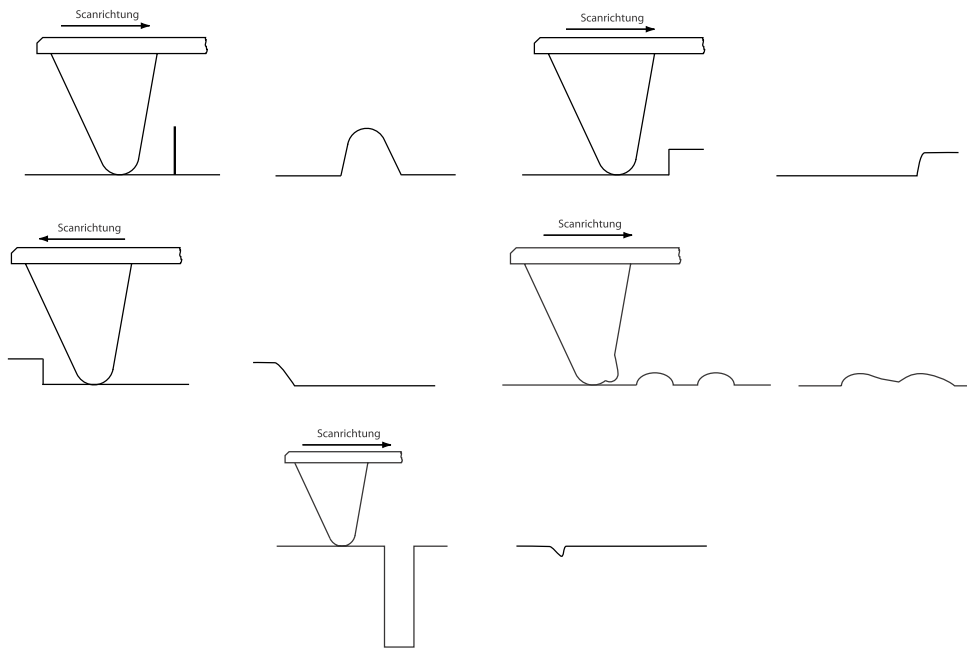


Abbildung 6: Scanlinien für verschiedene Topographien.

fakte können durch Änderung der Scanrichtung erkannt werden, es ist jedoch grundsätzlich schwer diese tatsächlich auszumachen und die Zuordnung nicht immer eindeutig.

Aufgabe 2: Kalibrierung des Systems

Es soll eine Kalibrierung des Systems mit einem Liniengitter durchgeführt werden. Dieses soll zunächst in x-Richtung (Scanwinkel 0° , Linien in y-Richtung) vermessen werden. Dabei werden zwei Bilder aufgenommen. Eines mit dem Top-Bottom-Signal und den Topographiesignal und das andere mit Topographie- und dem Reibungssignal. Es ist darauf zu achten, dass scharfe Bilder erzeugt werden, ohne dabei das System in Schwingung zu versetzen. Dieselbe Messung soll nun in y-Richtung durchgeführt werden, was einem Scanwinkel von 90° entspricht.

Nach der Aufnahme sollen die Aufnahmen bezüglich Regelqualität, Artefakte und Abbildungsfehler untersucht werden und mögliche Unterschiede in der Scanrichtung betrachtet werden. Die Scansoftware liefert uns die Werte für Linienbreite und Höhe des Gitters, welche mit den Herstellerangaben verglichen werden sollen und anschließend im Programm zur Kalibrierung verwendet werden.

Diese Kalibrierung mit nur einem Korrekturfaktor pro Auslenkung hat den Nachteil, dass eventuelle Nichtlinearitäten im Liniengitter nicht ausgeglichen werden. Das System muss außerdem regelmäßig nachkalibriert werden, da die Linearität der Piezoelemente nicht gegeben ist und sich der Zusammenhang zwischen angelegter Spannung und Verformung mit der Zeit verändern kann.

Aufgabe 3: Kraft-Abstand-Kurve, theoretische Betrachtung

Die Diskussion wurde bereits in den theoretischen Grundlagen durchgeführt.

Aufgabe 4: Federkonstante

Mit Hilfe von Gleichung (6) und den geometrischen Daten des Cantilevers soll die normale Federkonstante c_n bestimmt werden. Da sich die benötigten Daten am Praktikumsplatz befinden, entfällt eine Berechnung im Voraus. Der Berechnete wert soll anschließend mit dem angegeben Wert verglichen werden.

Aufgabe 5: Kraft-Abstand-Kurve von Si-Waferstück

Im Spektroskopiemodus der Scansoftware soll eine Kraft-Abstand-Kurve von einem Si-Waferstück aufgenommen werden. Aus der inversen Steigung des linearen Bereiches zwischen snap in und snap off kann, wie in den theoretischen Grundlagen beschrieben, direkt die Sensitivität ermittelt werden. Mit diesem Ergebnis und Gleichung (5) kann schließlich die Auflagekraft bei einem Setpoint von 500 mV bestimmt werden.

Die maximale Adhäsionskraft F_{Adh} zwischen Spitze und Oberfläche kann schließlich mit Gleichung (7) bestimmt werden.

Aufgabe 6: Aufnahme des Spitzentestgitters

Es soll eine topographische Aufnahme eines Spitzentestgitters durch Vor- und Rücklauf aufgenommen werden. Mit der Scansoftware soll der Durchmesser der Testgitternadel getrennt für Vor- und Rücklauf des Scans bestimmt werden. Mit Hilfe der Skizze aus der Vorbereitungsmappe und unter der Annahme, dass es sich bei der Mess- sowie bei der Testspitze und um Halbkugeln handelt, kann nun der Spitzenradius R bestimmt werden:

$$R^2 + R_{\text{mess}}^2 = (R + r)^2 \quad (8)$$

$$\Rightarrow R = \frac{R_{\text{mess}}^2 - r^2}{2r} . \quad (9)$$

Dieser Wert soll mit dem Herstellerwert verglichen werden.

Schließlich soll berechnet werden, wie groß der Unterschied der Radien zwischen Spitze und Testspitze maximal sein darf, damit das Ergebnis höchstens um 10% vergrößert wird. Dazu wird Gleichung (8) umgeformt und $R_{\text{mess}} = 1,1 r$ gesetzt. Es ergibt sich

$$r = 9,52 R . \quad (10)$$

Das Objekt muss also fast 10 mal größer sein als die Spitze, damit es maximal um 10% vergrößert dargestellt wird.

Aufgabe 7: Untersuchung einer CD

In dieser Aufgabe soll eine CD mit dem AFM untersucht werden. Zunächst gilt es mit Klebeband eine Probe anzufertigen. Nach der Messung können mit der Scansoftware Größe und Tiefe der Pits sowie der

Spurabstand der Tracks bestimmt werden. Es soll außerdem eine Lateralkraftaufnahme erzeugt werden. Wir erwarten hohe Lateralkräfte wegen den vielen hochstehenden Pits.

Der optimale Höhenunterschied zwischen Pits und Lands für gute Interferenzbedingungen lässt sich einfach berechnen. CD-Laufwerke verwenden einen Abtastlaser mit einer Wellenlänge von $\lambda_0 = 780 \text{ nm}$. Beim Übergang des Lichtes in das Medium der CD mit Brechungsindex $n = 1,55$ verringert sich die Wellenlänge zu

$$\lambda = \frac{\lambda_0}{n} = 503,2 \text{ nm} \quad (11)$$

Um Informationen auszulesen, muss der Pit destruktive Interferenz erzeugen. Beträgt der Gangunterschied die Hälfte der Wellenlänge, so ist das der Fall. Wegen des doppelten Weges aufgrund der Reflexion ergibt sich für die optimale Höhe des Pits

$$h_{\text{opt}} = \frac{\lambda}{4} = 125,8 \text{ nm} \quad (12)$$

Wir werden den gemessenen Wert mit diesem theoretischen Wert vergleichen.

Aufgabe 8: Untersuchung einer μCP -Probe

Es sollen Topographie- und Lateralkraftaufnahmen einer Micro-Contact-Printing-Probe aufgenommen werden. Die Probe soll mit verschiedenen Scanwinkeln und -geschwindigkeiten in Vorwärts- und Rückwärtsrichtung untersucht werden. Anschließend sollen die Bilder bezüglich Messartefakte, Übersprechen von Reibung und Topographie und Piezocreep untersucht werden.

Aufgabe 9: Vergleich von Lateralaufnahmen

In dieser letzten Aufgabe sollen die Lateralaufnahmen von CD und μCP -Probe diskutiert und die Unterschiede aufgezeigt werden. Wie zwischen Topographie- und Reibungsbildern durch Betrachtung der Vorwärts- und Rückwärtsrichtung unterschieden werden kann, wurde bereits in den theoretischen Grundlagen hergeleitet.

Literatur

[1] Vorbereitungsmappe zum Versuch „Rasterkraftmikroskop“

II. Auswertung

Aufgabe 1: Einfluss der Spitzengeometrie

Die theoretische Abhängigkeit zwischen Spitzengeometrie und Auflösungsvermögen wurde von uns bereits in den entsprechenden Abschnitten der theoretischen Grundlagen und der Versuchsvorbereitung diskutiert, daher sei an dieser Stelle darauf verwiesen. Die sich ergebenden Scanlinien sind in Abbildung 6 wiedergegeben, was verdeutlicht, dass die Auflösung stark geometrieabhängig ist. Im weiteren Verlauf des Versuchs haben wir dies mehr oder weniger auch experimentell verifizieren können. Verschmierungen und Verbreiterungen der Spurrillen und Bits einer CD lassen darauf schließen, dass die von uns verwendete Spitze bereits relativ abgenutzt war.

Aufgabe 2: Kalibrierung des Systems

Ziel der zweiten Aufgabe war nun die Kalibrierung des Rasterkraftmikroskops. Laut Vorbereitungshilfe sollte dazu ein Liniengitter benutzt werden, welches uns beim Versuch allerdings nicht mehr zur Verfügung stand. Wir haben die Kalibrierung stattdessen mit Hilfe eines Rasters durchgeführt, welches aufgrund seiner periodischen Struktur wie ein Liniengitter fungierte. Das Raster wurde von unserem Betreuer in die Vorrichtung des Mikroskops gebracht und fixiert.

Mit Hilfe der Verstellrädchen und einer Lupe haben wir den Laserstrahl nun so exakt wie möglich auf den Cantilever fokussiert. Die weitere Feinjustierung erfolgte unter Zuhilfenahme der Messwerte der Photodiode. Dabei wurde die Apparatur mit Hilfe der Stellschrauben so verdreht, dass die Summe der Ströme aller vier Photodiodensegmente maximal wurde. Gleichzeitig haben wir darauf geachtet, dass die Differenzen der lateralen Spannungswerte der Diode sowie die der topographischen Spannungswerte auf Null zu regulieren waren.

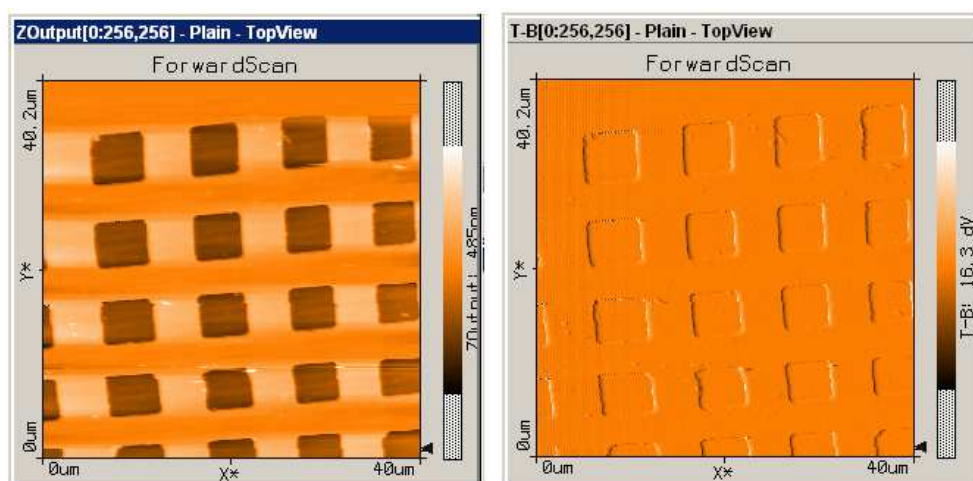


Abbildung 7: Topographiebild (links) und Top-Bottom-Signal (rechts) des Rasters

Es wurde von uns nun die Probe abgerastert und dabei sowohl das Topographiebild als auch das Top-Bottom-Signal in x -Richtung aufgenommen, wie es in Abbildung 7 zu sehen ist. Man erkennt dabei sehr schön die Struktur des Rasters, gleichzeitig sind aber auch einige Abbildungsfehler erkennbar. Zunächst

erscheinen die Löcher des Rasters nicht rechteckig, wie man es erwarten würde, sondern verschieden verzerrt. Schließt man herstellungs- und handhabungsbedingte Verformungen aus, so lassen sich diese Verzerrungen am besten durch die Auflösungsgrenze erklären, welche durch die Geometrie der verwendeten Spitze bedingt ist.

Des Weiteren fällt einem bei der Betrachtung des Bildes auf, dass sich für die waagrechten und die senkrechten Stege verschiedene Höhen ergeben würden, da sie unterschiedlich eingefärbt sind. Dies ist in realiter nicht der Fall, wie man es bei einem Scan in y -Richtung hätte sehen können. Durch Rücksprache mit unserem Betreuer wurde darauf allerdings verzichtet. Das Programm errechnet die jeweilige Höhe (und damit die Einfärbung) immer im Verhältnis zum Mittel aller Höhen- und Tiefenwerte, die in einem Scan auftauchen. Bewegt sich die Spitze in einem Zeilendurchgang durch, ohne auf Hindernisse oder Löcher zu treffen, so ist die praktisch konstante Höhe auch das ideale Mittel. Daher sind diese waagrechten Stege auch orange eingefärbt. Bei den Zeilen, bei denen sich Stege und Löcher abwechseln, ist das Mittel aller z -Werte aber natürlich nicht mehr identisch mit der Höhe der waagrechten Stege, daher sind die senkrechten Stege heller eingefärbt.

Auf dem zweiten Steg rechts oben sowie generell in der unteren Hälfte des Bildes lassen sich vereinzelt weiße Striche und Punkte erkennen. Es liegt der Schluss nahe, dass die Oberfläche des Rasters an dieser Stelle entweder durch die Spitze während unserer Messung oder durch vorherige Messungen beschädigt wurde. Auch in der Abbildung zum Top-Bottom-Signal erkennt man diese Artefakte als relativ dunkle Stellen, wenn auch wesentlich schlechter.

l in μm	5,02
b in μm	4,54
h in nm	196,00

Tabelle 1: Messwerte zur Geometrie des Rasters

Mit Hilfe der Software des Rasterkraftmikroskops konnten wir so nun die Breite b , Länge l und die Höhe h der Löcher bestimmen, deren Werte in Tabelle 1 dargestellt sind. Dazu ließen sich einfach Messschieber über das Topographiebild legen, mit denen man Abstände in der xy -Ebene sofort vermessen konnte. Die Länge und Breite haben wir über die Mittelung von fünf Kästchen in der Annahme durchgeführt, dass die Stegabschnitte ebenfalls Kästchen derselben Fläche wie die Löcher darstellen. Zur Vermessung der Höhe der Stege (und damit der Tiefe der Löcher) gab es ein spezielles Tool, mit dessen Hilfe man an einem z -Gradienten direkt die Höhendifferenz ablesen konnte.

Korrektur l	0,40%
Korrektur b	-9,20%
Korrektur h	8,89%

Tabelle 2: Korrekturwerte der drei Achsen

Die Literaturwerte für die drei gemessenen Werte betragen $l = b = 5 \mu\text{m}$ für Länge und Breite sowie $h = 180 \mu\text{m}$ für die Höhe des Rasters. In Tabelle 2 sind damit dann die Korrekturfaktoren für die drei Achsen gegeben. Laut Vorbereitungshilfe wäre es nun angezeigt gewesen, diese Korrekturwerte in das Messprogramm zu übertragen, sodass die Kalibrierung für nachfolgende Messungen gültig gewesen wäre. Nach Absprache mit unserem Betreuer wurde darauf allerdings verzichtet, da der Unterschied nicht so gravierend gewesen wäre. Darüber hinaus wäre die Kalibrierung wegen Unzugänglichkeiten der

Software eventuell sowieso wieder gelöscht worden.

Aufgabe 3: Kraft-Abstand-Kurve, theoretische Betrachtung

Die theoretische Betrachtung der Kraft-Abstand-Kurven wurde in den Vorbereitungen bereits ausführlich diskutiert, daher sei an dieser Stelle auf die entsprechenden Abschnitte verwiesen.

Aufgabe 4: Federkonstante

In Aufgabe 4 galt es nun, die normale Federkonstante c_n zu bestimmen. Dazu sind in Tabelle 3 zunächst einmal die am Versuchsplatz gegebenen Geometriedaten für ein Cantilever des Typs E abgedruckt. Der E -Modul für das Cantilever war auf dem Aufgabenblatt zu $E_{Si, <100>} = 1,69 \cdot 10^{11} \text{ N/m}^2$ gegeben.

	Minimal	Typisch	Maximal	σ_i
l in μm	-	350,00	-	5,00
w in μm	-	35,00	-	3,00
t in μm	0,70	1,00	1,30	0,30

Tabelle 3: Geometriedaten des Cantilevers Typ E

Mit Hilfe von Gleichung (6) lässt sich damit nun die normale Federkonstante berechnen:

$$c_n = \frac{E \omega t^3}{4 l^3} = 0,03 \text{ N/m}$$

Dabei wollen wir in Form einer kurzen Fehlerrechnung auch die Fehler σ_i auf die oben angegebenen Größen berücksichtigen. Mit Hilfe der Gaußschen Fehlerfortpflanzung erhalten wir so den Fehler σ_{c_n} auf c_n :

$$\begin{aligned} \sigma_{c_n} &= \sqrt{(\partial_w c_n)^2 \sigma_w^2 + (\partial_t c_n)^2 \sigma_t^2 + (\partial_l c_n)^2 \sigma_l^2} \\ &= |c_n| \sqrt{\left(\frac{\sigma_w}{w}\right)^2 + \left(\frac{3\sigma_t}{t}\right)^2 + \left(\frac{-3\sigma_l}{l}\right)^2} \\ &= 0,02 \text{ N/m} \end{aligned}$$

Letztlich erhalten wir als Wert für die normale Federkonstante also

$$c_n = (0,03 \pm 0,02) \text{ N/m} \tag{13}$$

was auch mit dem bereits berechneten Wert übereinstimmt, wie er am Versuchsplatz gegeben war.

Aufgabe 5: Kraft-Abstand-Kurve von Si-Waferstück

Als nächstes haben wir eine Kraft-Abstand-Kurve aufgenommen und untersucht. Der Wechsel der Probe erfolgte wieder durch unseren Betreuer, die Feinjustierung wurde von uns durchgeführt. Dabei war gut

zu erkennen, dass die Spitze recht schnell selbst bei mäßiger Justierung in das attraktive Potential der Oberfläche gefallen ist. Wir haben nun in der Software den Spektroskopiemodus gewählt und das Rasterkraftmikroskop entsprechend betrieben.

Zunächst haben wir eine Kraft-Abstand-Kurve bei Annäherung der Spitze an die Probe aufgenommen. Ziel war dabei die Aufnahme des sogenannten snap-in. Die aufgenommene Kurve ist im linken Teil der Abbildung 8 dargestellt und zeigt recht gut den erwarteten Verlauf, allerdings ist der snap-in nicht erkennbar. Diese Tatsache, die unser Betreuer bereits während der Versuchsdurchführung erwähnte, liegt darin begründet, dass die Kräfte, die den snap-in bewirken, schlicht zu gering sind, als dass wir sie in der Kraft-Abstand-Kurve wesentlich erkennen würden.

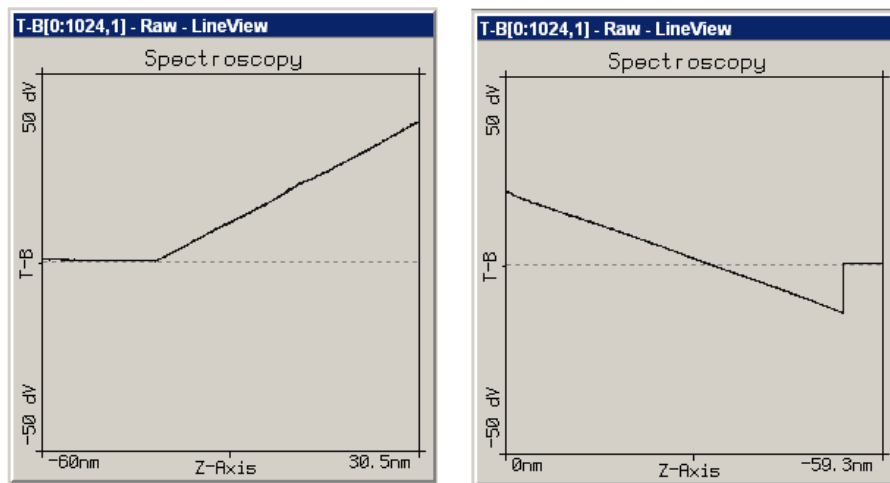


Abbildung 8: Kraft-Abstand-Kurve bei Annäherung (links) und Entfernung (rechts)

Anschließend haben wir den Abstand mit Hilfe des Schrittmotors wieder verringert, die Spitze also nach oben gefahren. Dabei ergab sich der im rechten Teil der Abbildung 8 dargestellte Verlauf der Kraft-Abstand-Kurve. Der snap-off ist hier nun sehr schön erkennbar als ein sägezahnartiger Verlauf der Spannung. Mit Hilfe der Analysetools der Messsoftware haben wir nun die z -Auslenkung z_{so} des Zeigers bis zum snap-off sowie die zugehörige Spannung U_{so} abgemessen. Die beiden Messwerte sind in Tabelle 4 dargestellt.

z_{so} in nm	20,30
U_{so} in V	1,25

Tabelle 4: Messwerte der Kraft-Abstand-Kurve

Die Bildung von z_{so} ergab sich durch Mittelung an drei Messwerte, die wir aus mehreren Aufnahmen der Kraft-Abstand-Kurven erhalten haben. Da die Sensitivität S gerade die inverse Steigung der Kraft-Abstand-Kurve darstellt, können wir diese mit obigen Messwerten nun einfach angeben:

$$S = \frac{z_{so}}{U_{so}} = 16,24 \text{ nm/V}$$

Anschließend haben wir über Gleichung (5) und mit Hilfe des Ergebnisses in Gleichung (13) die Aufla-

gekräft F_n bestimmt. Dabei war unser Spannungs-Setpoint zu $\Delta U = 1,1 \text{ dV}$ gegeben. Die Auflagekraft beträgt also:

$$F_n = c_n S \Delta U = (5,36 \pm 3,57) \cdot 10^{-11} \text{ N}$$

Letztlich sollte noch die Adhäsionskraft zwischen Spitze und Oberfläche bestimmt werden. Diese ergab sich gemäß 7 und dem gemessenen Wert für z_{so} gerade zu

$$F_{\text{Adh}} = c_n \Delta z = (6,09 \pm 4,06) \cdot 10^{-10} \text{ N}$$

was gut im Bereich der erwarteten Adhäsionskraft liegt, wie wir es in der Vorbereitung diskutiert haben. Zur Berechnung der oben angegebenen Fehler diente uns wieder die Gaußsche Fehlerfortpflanzung, die aufgrund der Linearität der Gleichungen und des Vorkommens von nur einer einzigen fehlerbehafteten Größe besonders einfach ausfiel.

Aufgabe 6: Aufnahme des Spitzentestgitters

Da das Spitzentestgitter nicht mehr vorhanden war, musste auf eine Aufnahme verzichtet werden. Der übrige Teil der Aufgabenstellung wurde schon im Zuge der Vorbereitung beantwortet.

Aufgabe 7: Untersuchung einer CD

Zur genaueren Untersuchung der Datenschicht einer CD mussten wir zunächst eine Probe anfertigen. Dazu schnitten wir mit einem Skalpell ein kleines Quadrat aus der bedruckten Alufolie der CD und lösten dieses durch Aufkleben und Abziehen eines Klebestreifens von der CD ab. Die Probe befand sich nun auf dem Klebestreifen und wurde auf einen Probehalter in das AFM gesetzt. Wir nahmen zwei Topographiesbilder in Vorwärtsrichtung mit 512 Samples und einer Scanrange von $15 \mu\text{m}$ bzw. $30 \mu\text{m}$ auf. In Abbildung 9 und 10 sind die beiden Aufnahmen zu sehen, es wurde zusätzlich das Top-Bottom Signal der Photodiode dargestellt. Wir erhielten zwei relativ scharfe Bilder der Oberfläche der CD Da-

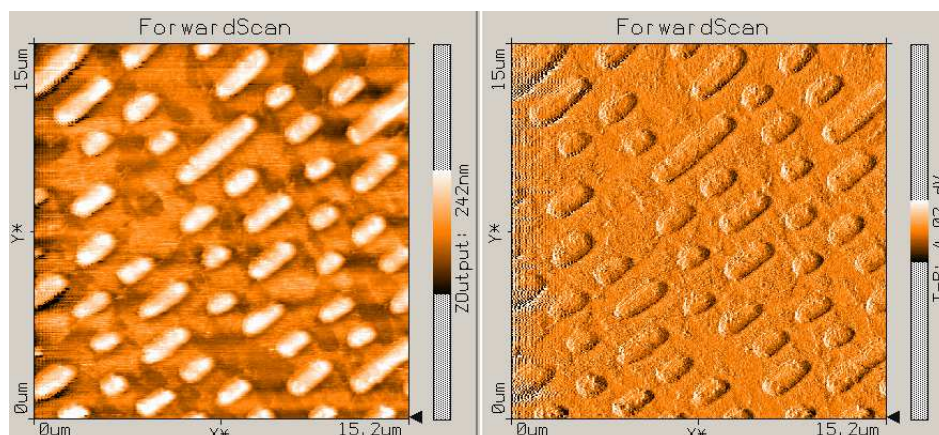


Abbildung 9: Topographiesignal (links) und Top-Bottom Signal der Photodiode (rechts) in Vorwärtsrichtung, kleiner Ausschnitt.

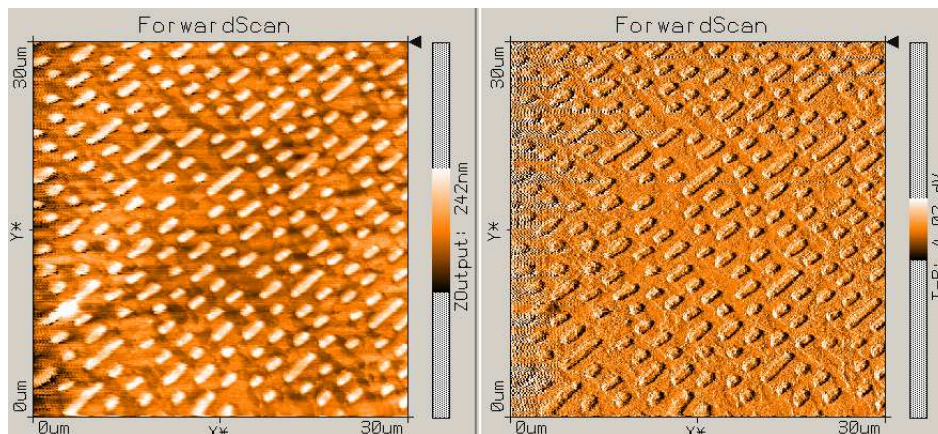


Abbildung 10: Topographiesignal (links) und Top-Bottom Signal der Photodiode (rechts) in Vorwärtsrichtung, größerer Ausschnitt.

tenschicht. Deutlich zu erkennen sind die bereits in der Vorbereitung erwähnten Pits und Lands der CD. Diese galt es noch genauer zu untersuchen, speziell sollten die Ausmaße der Pits und der Spurbstand der Tracks bestimmt werden. Die gemessenen Werte befinden sich in Tabelle 5. Da der Spurbstand der

	gemessen	Literatur
Breite Pit in nm	795	500
Länge Pit in nm	1040	833
Spurbstand 1 in nm	917	
Spurbstand 2 in nm	862	
Spurbstand 3 in nm	917	
Spurbstand Mittel in nm	899	1600
Höhe Pit 1 in nm	131	
Höhe Pit 2 in nm	111	
Höhe Pit 3 in nm	126	
Höhe Pit Mittel in nm	123	126

Tabelle 5: Ausmaße der Pits und Spurbstand der Tracks.

Tracks und die Höhe der Pits nicht eindeutig zu bestimmen waren und auch immer etwas variierten, wurden jeweils drei Messwerte aufgenommen und der Mittelwert gebildet. Um die Messwerte besser beurteilen zu können, wurden sie den jeweiligen Literaturwerten¹ gegenübergestellt. Der Literaturwert für die Höhe der Pits wurde bereits in der Vorbereitung berechnet.

Da in der Scansoftware selbst keine Kalibrierung durchgeführt wurde, weichen die Messwerte teilweise ziemlich vom Sollwert ab. Die simplen Korrekturfaktoren aus Aufgabe 2 lassen sich lediglich bei der Höhe der Pits verwenden, da die Probe um 45° gedreht eingesetzt war und so die Pits nicht exakt auf x- und y-Achse lagen. Unter Berücksichtigung des Korrekturfaktors für die Höhe der Pits ergibt sich ein Wert von 134 nm, welcher nun leicht über dem Sollwert liegt. Wir vermuten den Hauptfehler in der fehlenden Linearität des Piezoelements und der ungenauen Kalibrierung.

In den Aufnahmen lassen sich am linken Rand Artefakte erkennen, welche wir dem Piezoröhrchen zuschreiben. Bei großen Verzerrungen des Röhrchens macht sich der Piezocreep-Effekt am Rande bemerkbar. Während das Röhrchen der von der Software erwarteten Position hinterherhinkt, läuft der Scan

¹http://www.tu-chemnitz.de/informatik/RA/news/stack/kompndium/vortraege_97/cdrom/Kapitel2.html

bereits los, wodurch der linke Rand der Aufnahme verzerrt wird.

Aufgabe 8: Untersuchung einer μ CP-Probe

In diesem Versuchsteil untersuchten wir eine spezielle μ CP-Probe, die am Institut für Nanotechnologie (INT) am KIT in einem komplizierten Verfahren hergestellt wurde. Die Probe zeichnete sich durch eine glatte Oberfläche aus, welche von vielen Inseln eines anderen Materials besetzt war. Durch die rauere Oberfläche auf diesen Inseln erwarteten wir erhöhte Lateralkräfte, wohingegen die Topographie recht flach ausfallen sollte, da sich die Inseln relativ zur Umgebung kaum abheben sollten. Zur genaueren Untersuchung fertigten wir Aufnahmen der Lateralkräfte und der Topographie in Vorwärts- sowie in Rückwärtsrichtung an (Abbildungen 11 und 12). In dieser Aufnahme können sehr deutlich die In-

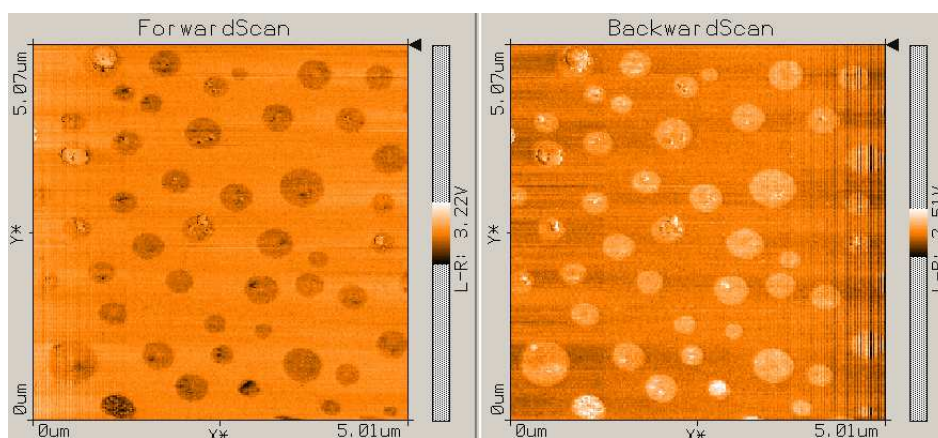


Abbildung 11: Aufnahme der Lateralkräfte in Vorwärts- und Rückwärtsrichtung.

seln erhöhter Reibungskraft als dunkle bzw. helle Flecken erkannt werden. Die Helligkeitsänderung der Flecken hängt direkt mit der Scanrichtung zusammen, da sich beim Abtasten der Oberfläche die Torsionsrichtung des Cantilevers und damit das Signal ändert. Auffallend ist, dass die Flecken der jeweiligen Aufnahme nicht immer dieselbe Helligkeit besitzen. Möglicherweise ist die Probe schon etwas abgenutzt, wodurch die Rauheit und die damit verbundenen Reibungskräfte nicht mehr gleich sind. Es lässt sich außerdem wie bei der Aufnahme der CD das retardierte Verhalten des Piezoröhrchens am linken bzw. rechten Rand der Bilder erkennen. In Abbildung 12 ist die Topographie der Probe in beiden Scanrichtungen dargestellt. Der Kontrast zwischen bereits geringen Höhenunterschieden wurde hier verstärkt, wodurch deutlich wird, dass die Probenoberfläche fast eben ist. Es lassen sich jedoch oben links in den Bildern zwei helle Punkte ausmachen, welche auf einen Defekt der Probe hinweisen können. Die übrigen Farbflecken kommen wahrscheinlich aus dem Übersprechen des Reibungs- und des Topographiesignals. Torsion und Verbiegung des Cantilevers sind nicht immer exakt voneinander zu unterscheiden, wodurch auch Reibungskräfte zum Topographiebild beitragen können. Die tatsächliche Topographie erhält man, indem die Differenz des Topographiesignals in Vorwärts- und in Rückwärtsrichtung betrachtet wird. Das ist möglich, da sich beim Richtungswechsel die Lateralkräfte genau umkehren und sich bei der Differenz entsprechend ausgleichen.

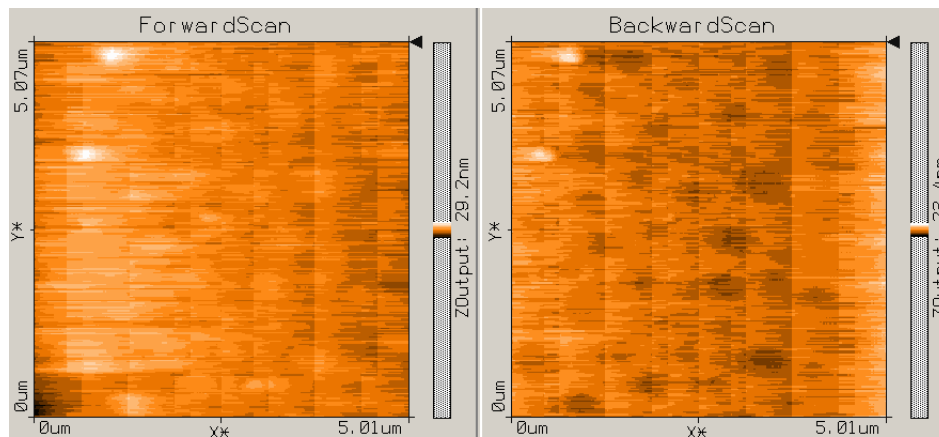


Abbildung 12: Aufnahme der Topographie in Vorwärts- und Rückwärtsrichtung mit starker farbiger Differenzierung.

Aufgabe 9: Vergleich von Lateralaufnahmen

Da wir weder bei der Probe aus Aufgabe 2 noch bei der CD in Aufgabe 7 entsprechende Bilder der Lateralkraft aufgenommen haben, entfällt der direkte Vergleich mit der Aufnahme der μ CP-Probe aus Aufgabe 8. Dennoch kann durch die Betrachtung der Höhenunterschiede an den steilen Kanten der Probenoberflächen in gewissem Maße auf die Reibungsbilder geschlossen werden. Unter der Annahme, dass die Oberfläche des Rasters aus Aufgabe 2 und die der CD jeweils nur aus einem Material besteht, kommen Effekte in den Reibungsbildern hauptsächlich durch steile Kanten der Probenoberfläche zustande. Das Raster sowie die CD besitzen beide künstlich erzeugte steile Kanten, wie es in den jeweiligen Topographiaufnahmen zu sehen ist. Wir erwarten daher genau an diesen Kanten entsprechende Reibungssignale bei der Messung. Da zudem die Höhe der Löcher im Raster größer ist als die der Pits auf der CD, wird wegen der verstärkten Torsion des Cantilevers die Reibungskraft dort vermutlich auch höher ausfallen.

Wie genau zwischen Topographie- und Reibungsbildern unterschieden werden kann, wurde bereits in der Vorbereitung erläutert.

III. Messprotokoll

Breite 5 Kästchen in μm	25,10
Breite in μm	5,02
Höhe 5 Kästchen in μm	22,70
Höhe in μm	4,54
Tiefe in nm	196,00
Länge in μm	5,02
Breite in μm	4,54
Höhe in nm	196,00

Tabelle 6: Messwerte zu Aufgabe 2

z-Abstand 1 in nm	20,9
z-Abstand 2 in nm	20,9
z-Abstand 3 in nm	19,5
z-Mittel in nm	20,4
z-Mittel in nm	20,3
T-B in dV	12,5

Tabelle 7: Messwerte zu Aufgabe 5