

UNIVERSITÄT REGENSBURG

F-PRAKTIKUM

# Rasterkraftmikroskopie



Korbinian Baumgartner und Jonas Schambeck

9. Oktober 2019

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Vorbereitung</b>	<b>4</b>
2.1	Kräfte zwischen Atomen . . . . .	4
2.1.1	Van-der-Waals Kräfte . . . . .	4
2.1.2	Pauli-Abstoßung . . . . .	4
2.1.3	Lennard-Jones Potential . . . . .	4
2.2	Das Atomic-Force-Mikroskop . . . . .	5
<b>3</b>	<b>Versuchsdurchführung</b>	<b>7</b>
3.1	Charakterisierung des Cantilevers . . . . .	7
3.2	Überprüfung der Geräteparameter . . . . .	8
3.3	Spektroskopie . . . . .	8
3.4	Spur-Abstand einer CD . . . . .	10
<b>4</b>	<b>Fazit</b>	<b>11</b>

# 1 Einleitung

Die Familie der Rastersondenmikroskope wurde im Jahre 1982 mit der Erfindung des Rastertunnelmikroskops (scanning tunneling microscope, STM) "gegründet". Das STM erlaubte erstmals die Abbildung von Oberflächen im Ortsraum mit atomarer Auflösung. Der Abbildungsprozess im STM beruht auf dem Tunnelstrom zwischen einer scharfen Metallspitze und der Probenoberfläche. Dieser Strom zeigt eine exponentielle Abstandsabhängigkeit. Wenn man die Spitze mit ausreichender Präzision (im Angstroem-Bereich) über der Probe positionieren kann und dabei den Tunnelstrom misst, kann man durch Abrastern von Linien konstanten Tunnelstroms ein Bild der Probenoberfläche gewinnen. Das STM hat zwar eine hohe räumliche Auflösung, ist aber auf leitende Proben beschränkt.

Das Rasterkraftmikroskop (atomic force microscope AFM, oder scanning force microscope SFM), das 1986 erstmals vorgestellt wurde, umgeht diese Einschränkung, indem statt des Tunnelstroms die Kräfte zwischen Spitze und Probe gemessen werden. Die Spitze wird an einer Balkenfeder ("Cantilever") angebracht, und auf die Spitze wirkende Kräfte führen im einfachsten Fall zu einer Verbiegung der Feder. Diese Verbiegung lässt sich mit verschiedenen Verfahren messen und als Regelsignal nutzen. Rastert man die Probe in der x-y-Ebene und regelt man z auf konstante Verbiegung der Feder, so erhält man eine Karte konstanter Kraft, die als Oberflächentopographie interpretiert werden kann. Die Einsatzbereiche der Kraftmikroskopie sind vielfältig und reichen von Abbildung und Manipulation atomarer Strukturen über Charakterisierung von Kristallwachstum zur Untersuchung von biologischen Systemen und Qualitätssicherung und Fehleranalyse bei Festplatten.

## 2 Vorbereitung

### 2.1 Kräfte zwischen Atomen

#### 2.1.1 Van-der-Waals Kräfte

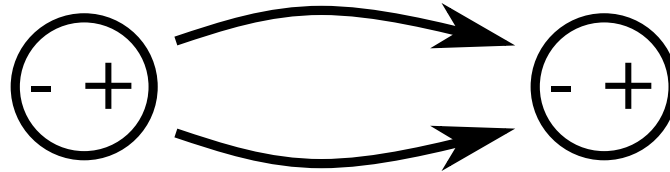


Abbildung 2.1: Van-der-Waals Kraft zwischen zwei Teilchen

Die Ladungsverteilung in Atomen ist nicht konstant, sondern unterliegt ständiger Fluktuation. Der Schwerpunkt der negativen Ladungen kann hierbei vom dem der positiven Ladungen abweichen. Ist dies der Fall, so entsteht ein Dipol. Befindet sich nun ein zweites Teilchen in der Nähe dieses Atoms, so wird auch in diesem ein Dipol induziert. Zeigt die positive Seite des ersten Atoms zu Atom 2, so werden die Elektronen des zweiten Atoms angezogen. Ist es die negative Seite, so werden die Elektronen abgestoßen.

Als Folge dessen synchronisieren sich die Ladungsänderungen der beiden Atome. Eine schwache positive Anziehung ist die Folge. Diese ist proportional zu  $\frac{-1}{r^6}$ .

#### 2.1.2 Pauli-Abstoßung

Nähern sich die Atome weiter an, so kommt es zu einem Überlappen der Elektronenorbitale. Das Pauli-Verbot verhindert hierbei, dass zwei Elektronen den gleichen Zustand besetzen. Einige Elektronen werden folglich in einen energetisch höheren Zustand gezwungen.

So führt eine Orbitalüberlagerung zu einer repulsiven Wechselwirkung. Die Kraft ist proportional zu  $\frac{1}{r^{12}}$ .

#### 2.1.3 Lennard-Jones Potential

Bei sehr kleinen Abständen dominiert die Pauli-Abstoßung, bei größeren die van-der-Waals Kräfte. Die Summe aus beiden Potentialen wird Lennard-Jones Potential genannt.

$$\phi(r) \propto \frac{A}{r^6} - \frac{B}{r^{12}}$$

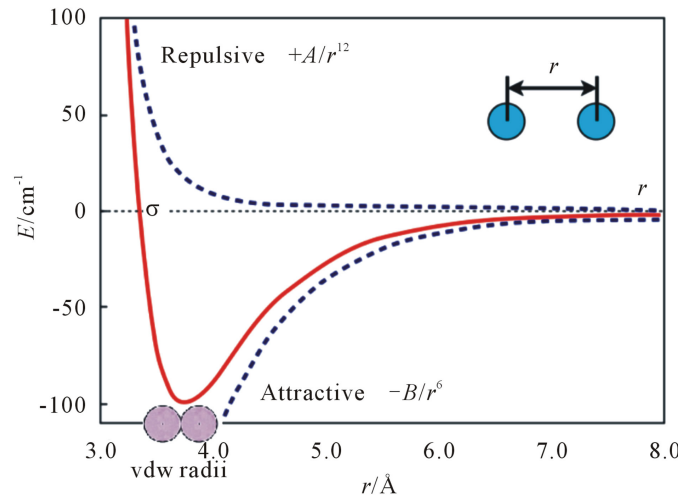


Abbildung 2.2: Das Lennard-Jones Potential als Summe der vdW-Wechselwirkung und der Pauli-Abstoßung

Neben diesen Kräften können im Allgemeinen auch noch chemische Bindungskräfte, Kontaktkräfte, magnetische und elektrische Wechselwirkungen eine Rolle besitzen. Bei unserem Aufbau haben sie jedoch nur geringe Bedeutung.

## 2.2 Das Atomic-Force-Mikroskop

Mit dem Rasterkraftmikroskop, lassen sich nun die Abstoßung- bzw. Anziehungskräfte mit dem wichtigsten Bestandteil, dem Cantilever, messen. Diesen fährt man in nächster Nähe über die Probe. Dabei versetzt man den Cantilever in seine Resonanzfrequenz und beobachtet, wie stark diese Schwingung durch den Abstand zur Probe eingeschränkt wird. Diese Amplitudenänderung lässt sich dann zu einem Kräfteprofil auslesen und in die Topographie der Probe umrechnen, aber dazu noch genaueres später. Der Cantilever ist ein schwingungsfähiger Balken, der eine pyramidale Spitze mit einer Dicke von nur wenigen Nanometern besitzt. Er wird meist aus  $Si_3N_4$  hergestellt und an dessen Ende wird, durch Ätzung, eine abstehende sehr sehr dünne Spitze geformt. Seine Resonanzfrequenz befindet sich etwa im kHz bis MHz Bereich.

Ein anderer wichtiger Bestandteil ist der Rastermechanismus, der die Spitze in die Nähe der Probe befördert. Die Spitze wird mittels Schrittmotoren auf einen ungefähren Abstand von einem Mikrometer angenähert und anschließend über piezoelektrische Stoffe weiter ausgerichtet. Diese verändern ihre Größe, je nachdem wie viel Spannung an ihnen angelegt wird. Diese Vorrichtung führt letztendlich die Spitze über die Probe, in Dimensionen von 10 - 100 Mikrometern im Quadrat und einer Höhe von unter 10 Mikrometern.

Nun muss nur noch die Amplitudenänderung gemessen werden, dabei wird die Schwingungsfrequenz konstant gehalten. Anschließend schießt man mit einem Laser auf eine

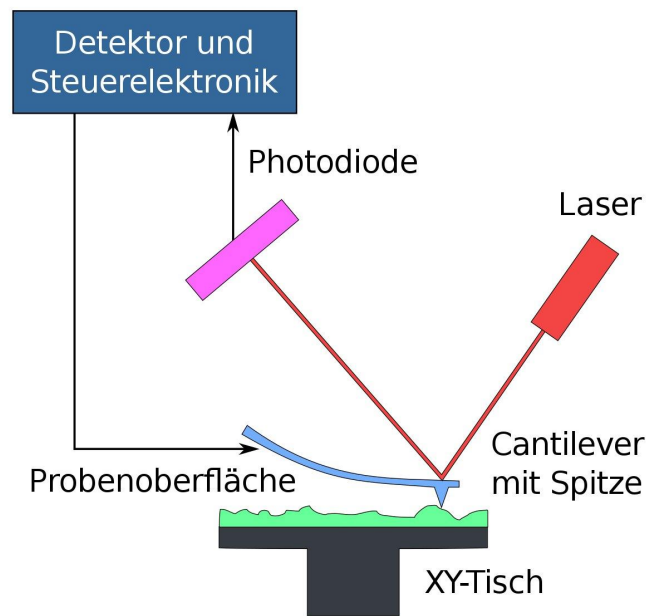


Abbildung 2.3: Aufbau eines AFM

polierte Rückseite des Cantilevers, welcher nun den Strahl auf eine Photodiode umlenkt. Damit können minimale Auslenkungen direkt durch elektrische Spannungsunterschiede aufgezeichnet werden. Die Anziehenden und Abstoßenden Kräfte deformieren den Cantilever so, dass der Weg des Lasers im Angström Bereich umgelenkt wird. Eine Amplitudenänderungen von 70% , zur Resonanzamplitude, ist maximal.

Neben der Amplitudenmessung, ist es auch möglich die Frequenzänderung zu messen und die Möglichkeit des statischen Messens, also dem direkten Kontakt von Spitze und Probe. Beide Methoden waren für die historische Entwicklung der Rasterkraftmikroskopie entscheidend, finden aber heutzutage keine Anwendung mehr.

## 3 Versuchsdurchführung

### 3.1 Charakterisierung des Cantilevers

Zur Mikroskopierung einiger Proben wird in diesem Versuch der dynamische Modus des Mikroskops verwendet. Dies erfordert Kenntnis über das dynamische Verhalten des Cantilevers. Daher soll die Resonanzkurve aufgezeichnet und daraus die Güte der Messspitze bestimmt werden.

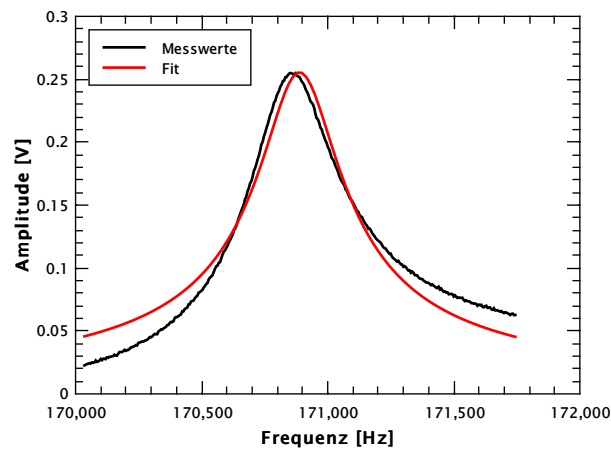


Abbildung 3.1: Resonanzkurve des Cantilevers gefittet mit Gleichung des getriebenen, gedämpften Oszillators

In Abbildung 3.1 ist die aufgenommene Resonanzkurve zu sehen, gefittet mit der Formel

$$A(\omega) = \frac{F_0}{m \sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \left(\frac{\omega \omega_0}{Q}\right)^2}}$$

des getriebenen, gedämpften Oszillators. Aus dem Graphen lassen sich einige Werte bestimmen, die im weiteren Verlauf des Versuches nützlich sein werden.

$$Q = 551,8 \quad \frac{F_0}{m} = 13.5 \text{ MN/kg} \quad \omega_0 = 170.9 \text{ kHz}$$

$Q$  bezeichnet hierbei den Gütefaktor des Cantilevers und  $\omega_0$  die Resonanzfrequenz.

Anders als theoretisch errechnet, ist die gemessene Kurve nicht ganz symmetrisch. Dies ist auf die Annäherung des Messkopfes als Massepunkt zurückzuführen. Die theoretische Betrachtung der räumlichen Ausdehnung würde zu höheren Termen führen, die hier nicht näher betrachtet werden sollen.

### 3.2 Überprüfung der Geräteparameter

Um Entfernungen auf Proben messen zu können, müssen die an den Piezo angelegten Spannungen zuverlässig in  $x$ ,  $y$  und  $z$  Auslenkungen umgerechnet werden können. Um diese Kalibrierung zu überprüfen, wird ein Eichgitter verwendet. In Abbildung 3.2 ist

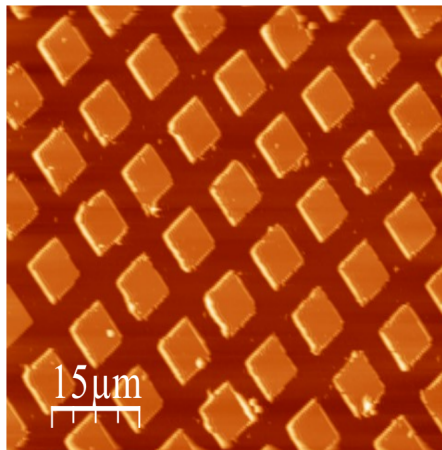


Abbildung 3.2: Mikroskopierung des Eichgitters

eine Teilaufnahme des Gitters zu sehen. Der Abstand der zweier Quadrate beträgt laut Messung  $10.06 \mu\text{m}$ . Dies ist ein gutes Ergebnis, weshalb die Default-Werte im weiteren Verlauf des Versuch verwendet werden.

### 3.3 Spektroskopie

Nun soll die Amplitude der oszillierenden Messspitze bestimmt werden. Hierzu wird der Kopf über einer homogenen Oberfläche positioniert und die Änderung der Schwingungsamplitude bei Annäherung an die Probe aufgezeichnet. In den Abbildungen 3.3 und 3.4 sind diese Messungen, erst bei Annäherung an die Probe, dann bei Entfernung von der Probe, zu sehen. Die Amplitude ist bei großen Entfernungen nahezu konstant. Bei Kontakt zwischen Spitze und Probe befindet sich der untere Umkehrpunkt der Oszillation an der Probenfläche. Somit sinkt die Amplitude um die Änderung der  $z$ -Position. Dieser lineare Zusammenhang zwischen Höhe des Cantilevers und der Amplitude soll nun zur Bestimmung der Amplitude benutzt werden.

Aus den linearen Fits kann die Proportionalitätskonstante für beide Messungen be-



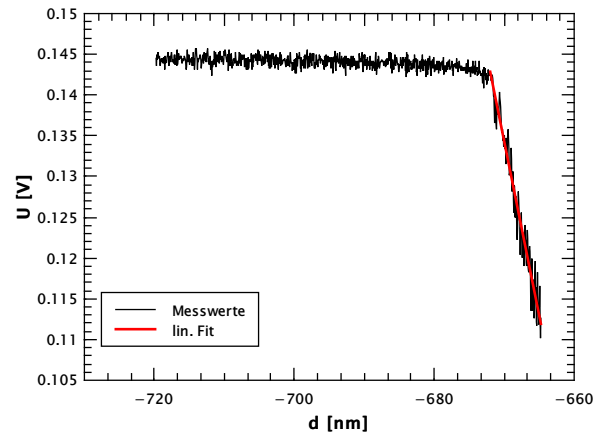


Abbildung 3.3: Änderung der Amplitude bei Annäherung an Probe

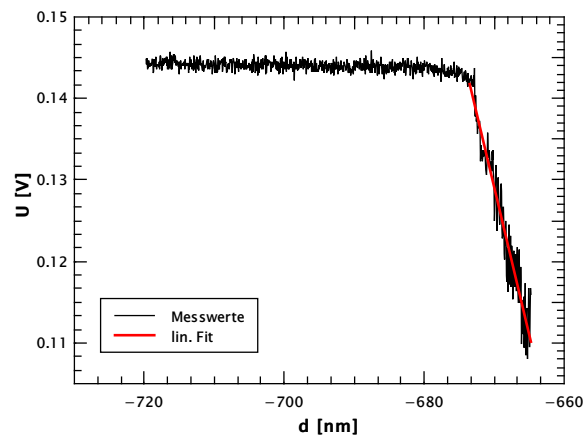


Abbildung 3.4: Änderung der Amplitude bei Entfernung von Probe

stimmt werden.

$$K_{\text{for}} = 4,27 \cdot 10^6$$

$$K_{\text{rück}} = 5,61 \cdot 10^6$$

Mithilfe der Formel  $A = \frac{U}{K}$  und der Betriebsspannung von  $U = 200 \text{ mV}$  kann die Amplitude zu

$$A = \frac{U}{K} = \frac{200 \text{ mV}}{4,93 \cdot 10^6} = 40.6 \text{ nm}$$

bestimmt werden.

### 3.4 Spur-Abstand einer CD

Zuletzt soll mithilfe des Mikroskops die Kapazität einer CD bestimmt werden. Hierzu soll die Spurbreite und der Bitabstand bestimmt werden, um die Fläche eines Datenpunktes zu errechnen. Kennt man die Fläche der CD, kann so auf die Kapazität geschlossen werden.

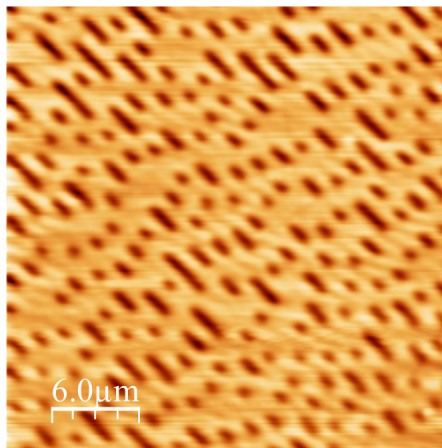


Abbildung 3.5: Mikroskopierung der Datenseite einer CD

Aus Abbildung 3.5 kann der Spurabstand zu  $1.285 \mu\text{m}$  und der Bitabstand zu  $1.250 \mu\text{m}$  bestimmt werden. Die Fläche eines Datenpunktes beläuft sich somit auf  $A_{\text{Bit}} = 1.61 \mu\text{m}^2$ .

Zur Bestimmung der beschreibbaren Fläche muss der Radius des ausgeschnittenen Ringes von dem der CD abgezogen werden.

$$A_{\text{Data}} = \pi \cdot \left( \underbrace{r_{\text{außen}}^2}_{=58 \text{ mm}} - \underbrace{r_{\text{innen}}^2}_{=25 \text{ mm}} \right) = 8\,604\,822\,000 \mu\text{m}^2$$

Die Kapazität errechnet sich somit zu

$$N = \frac{A_{\text{Data}}}{A_{\text{Bit}}} \approx 638 \text{ MB}$$

Der angegebene Wert ist 650 MB. Die Abschätzung liefert somit ein gutes Ergebnis.

## 4 Fazit

Bei diesem Versuch durfte einiges über das Rasterkraftmikroskop gelernt werden. Mit teils bekannter und teils unbekannter Theorie, konnte nun das Prinzip einer Bildlichen Darstellung in fast Atomarer Auflösung verstanden werden. Es wurden verschiedene Topographien von einer Kalibrierungsprobe aufgenommen, um damit zu testen, ob das Mikroskop richtig kalibriert war. Schön zu sehen war, wie sich die Abbildung durch die Vorwärts, bzw. Rückwärtsbewegung ändert. Dann wurde eine Resonanzkurve des Cantilevers aufgenommen, um die Resonanzfrequenz zu erhalten. Unsere Messwerte stimmten sehr exakt mit denen des Herstellers überein, minimale Fehler sind mit diesem Aufbau, wegen Luftverwirbelungen und Erschütterungen, unvermeidbar. Danach wurde die Topographie einer CD ausgelesen, um deren Kapazität zu stoßen. Auch hier war unser Ergebnis ohne Einwand zu akzeptieren. Es deutet nichts darauf hin, dass unser Versuch Probleme gehabt hätte.

# Literaturverzeichnis

- [1] <http://file.scirp.org/Html/2-8301839/5ea73474-0e91-41d4-a386-71cdc9f14e20.jpg> 20.09.2019
- [2] <https://www.youtube.com/watch?v=fivhcWYEtkQ>, 20.09.2019
- [3] <https://de.wikipedia.org/wiki/Van-der-Waals-Kr%C3%A4fte>, 20.09.2019