

UNIVERSITÄT REGENSBURG

F-PRAKTIKUM

Rasterkraftmikroskopie



Korbinian Baumgartner und Jonas Schambeck

7. November 2019

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Vorbereitung	4
2.1	Theoretische Grundlagen zum AFM	4
2.1.1	Aufbau des Rasterkraftmikroskops	4
2.1.2	Der Cantilever	4
2.1.3	Detektionseinheit	5
2.1.4	Rastermechanismus	5
2.1.5	Betriebsmodi	5
2.2	Kräfte zwischen Atomen	6
2.2.1	Van-der-Waals Kräfte	6
2.2.2	Pauli-Abstoßung	6
2.2.3	Lennard-Jones Potential	7
2.3	Berechnung der Amplitude	7
3	Versuchsdurchführung	9
3.1	Charakterisierung des Cantilevers	9
3.2	Überprüfung der Geräteparameter	10
3.3	Spektroskopie	10
3.4	Spur-Abstand einer CD	12
4	Fazit	14

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 Theoretische Grundlagen zum AFM

2.1.1 Aufbau des Rasterkraftmikroskops

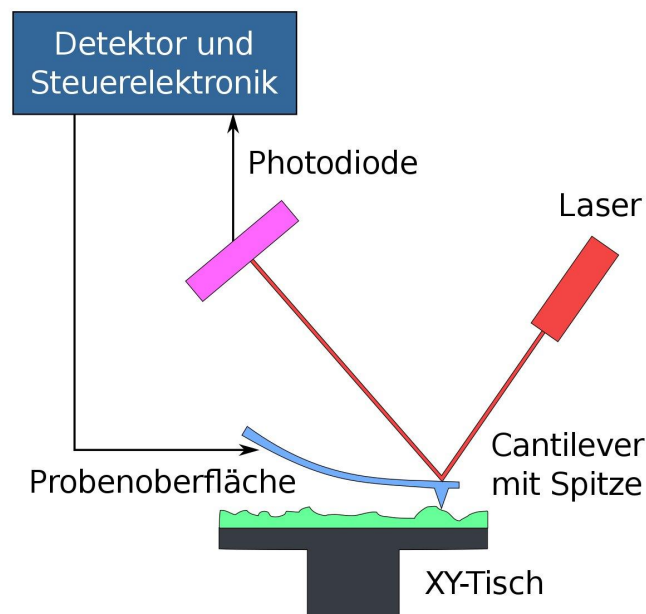


Abbildung 2.1: Aufbau eines AFM

Das Mikroskop besteht aus einem Cantilever mit Messspitze, einem Positioniersystem für die z-Richtung, einem Positioniersystem für x- bzw. y-Richtung und einer Detektionseinheit, welche die Amplitudenänderung des Cantilevers misst. Diese Bauteile sollen in den folgenden Kapiteln noch genauer beschrieben werden.

2.1.2 Der Cantilever

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. Damit lassen sich nun die Abstoßungs- bzw. Anziehungskräfte messen. Man fährt den Cantilever mithilfe

fe des Rastermechanismus in nächster Nähe über die Probe. Die Spitze wird mittels Schrittmotoren auf einen ungefähren Abstand von einem Mikrometer angenähert und anschließend über piezoelektrische Bauelemente weiter ausgerichtet, zu diesen später mehr. Diese Vorrichtung führt letztendlich die Spitze über die Probe, in Entfernungen von 10 - 100 Mikrometern in x- und y-Richtung und einer Höhe von unter 10 Mikrometern. Gleichzeitig versetzt man den Cantilever in seine Resonanzfrequenz und beobachtet über die Detektionseinheit, wie stark diese Schwingung durch den Abstand zur Probe eingeschränkt wird.

2.1.3 Detektionseinheit

Das in diesem Versuch verwendete EasyScan DFM Rasterkraftmikroskop nutzt zur Auslesung der Amplitudenänderung ein optisches Verfahren. Man verwendet einen Laser, der auf die Rückseite des Cantilevers ausgerichtet ist, wo sich eine polierte Stelle befindet, welche das Licht des Lasers spiegelt. Bei der Deformation des Cantilevers ändert sich somit die Position des gespiegelten Lichtbündels. Mithilfe einer Photodiode lassen sich diese minimalen Änderungen sehr gut messen und in Größenordnungen von einzelnen Angström umrechnen. Diese Methode eignet sich hervorragend, denn das Laserlicht wird lediglich durch Erschütterungen gestört. Deshalb baut man diesen Versuch auf einem massiven Steintisch auf und versucht Erschütterungen bei der Messung zu vermeiden.

2.1.4 Rastermechanismus

Nun muss noch beschrieben werden, wie es sich mit der Rastereinheit verhält. Am Anfang fährt man die Probe mittels eines Schrittmotors mechanisch bis auf wenige Mikrometer auf die Probe in z-Richtung heran. Anschließend nutzt man den piezoelektrischen Effekt um eine feinere Ansteuerungen zu ermöglichen. Zumeist verwendet man piezoelektrische Röhrchen aus Blei-Zirkonat-Titanat, denn dieses Material kann sich mithilfe einer angelegten Spannung stark dehnen und zusammenziehen. Typische Rasterbereiche sind $10 - 100 \mu\text{m}$ in x- und y-Richtung und $2 - 5 \mu\text{m}$ in z-Richtung. Das hier verwendete Mikroskop basiert auf diesem elektromechanischen Prinzip, also der Deformierung der piezoelektrischen Materialien zur feineren Bewegung des Cantilevers. Alternativ lässt sich auch die Probe bewegen.

2.1.5 Betriebsmodi

Es gibt zwei Methoden zur Messung, den statischen Modus und den dynamischen Modus. Beim statischen Modus wird der Cantilever nicht in Schwingung versetzt, beim dynamischen hingegen schon. Der statische Modus ist nur von historischer Bedeutung.

Statischer Modus: Hierbei bringt man die Probe mit dem Cantilever in Kontakt und misst die direkte Kraft, die der Cantilever beim Abrastern der Probenoberfläche erfährt. Die Kräfte die zwischen dem Cantilever und der Probe auftreten, sollen später noch genauer betrachtet werden. Die Rastereinheit regelt die z-Position gerade so, dass sich

Probe und Cantilver ständig berühren. Da sich hierbei aber die Probe und der Cantilever schnell abnutzen, wurde der dynamische Modus als Alternative eingeführt.

Dynamischer Modus: Dazu versetzt man den Cantilever, nach dem Prinzip der harmonischen Schwingung, in seine Eigenresonanz. Die im nächsten Kapitel besprochenen Kräfte ändern nun die Schwingungsfrequenz und Schwingungsamplitude. Um einfache Ergebnisse erzielen zu können, kann man einerseits den Cantilever ständig in seine Resonanzfrequenz versetzen und die Änderung der Schwingungsamplitude messen, oder eine Phasenverschiebung der Anregungsfrequenz mit der Antwort des Cantilevers abgleichen. Mit diesem eindeutigen Ergebnis lässt sich anschließend die Topologie der Probe rekonstruieren ohne dabei die Probe zu zerstören.

In unserem Versuch wird die Methode der Amplitudenänderung verwendet. Die anziehenden und abstoßenden Kräfte deformieren den Cantilever so stark, dass der Weg des Lasers im Angström Bereich umgelenkt wird. Eine Amplitudenänderungen von 70%, zur Resonanzamplitude, ist maximal.

2.2 Kräfte zwischen Atomen

2.2.1 Van-der-Waals Kräfte

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 $\frac{-1}{r^6}$.

2.2.2 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 $\frac{1}{r^{12}}$.

2.2.3 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.

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

Dabei bezeichnet ϕ das Potential und somit die Bindungsenergie, r den Abstand. A , B sind Konstanten die stoffspezifisch sind.

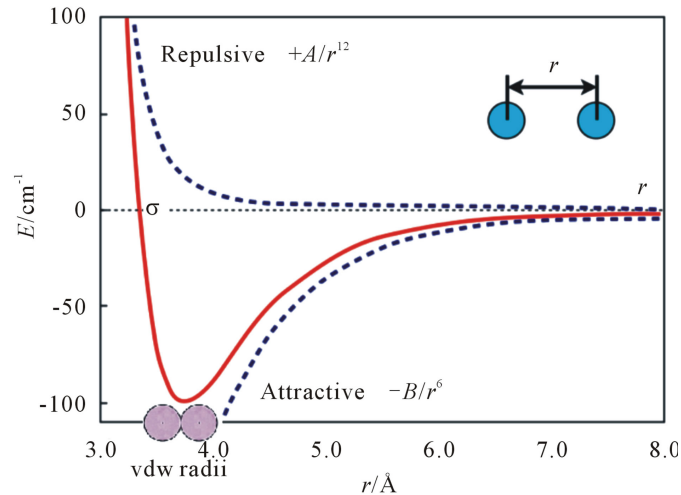


Abbildung 2.2: Das Lennard-Jones Potential als Summe der vdW-Wechselwirkung und der Pauli-Abstoßung

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.

2.3 Berechnung der Amplitude

Die periodische Bewegung des Cantilevers lässt sich in sehr guter Näherung durch einen getriebenen, gedämpften harmonischen Oszillator beschreiben. Die Formel dazu sieht folgendermaßen aus:

$$m\ddot{x} + \frac{m\omega_0}{Q}\dot{x} + kx = F_0 \cos(\omega t)$$

Wir verwenden hier m als die punktförmig genäherte Masse des Cantilevers, ω_0 ist dessen Eigenfrequenz mit seiner Güte Q und k beschreibt eine Federkonstante die für die rücktreibende Kraft, also die Oszillation, verantwortlich ist. Auf der rechten Seite der Gleichung beschreibt F_0 die treibende Kraft, die die Probe und die Vorrichtung auf den Cantilever wirken. Wir benutzen den Ansatz:

$$x(t) = A \cdot e^{i\omega t}$$

und bekommen schließlich durch Einsetzen folgende Gleichung.

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

Löst man diese Gleichung anschließend nach der Amplitude A auf, erhält man folgendes Ergebnis:

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

Diese Formel ist später für unseren Versuch noch von Bedeutung.

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.

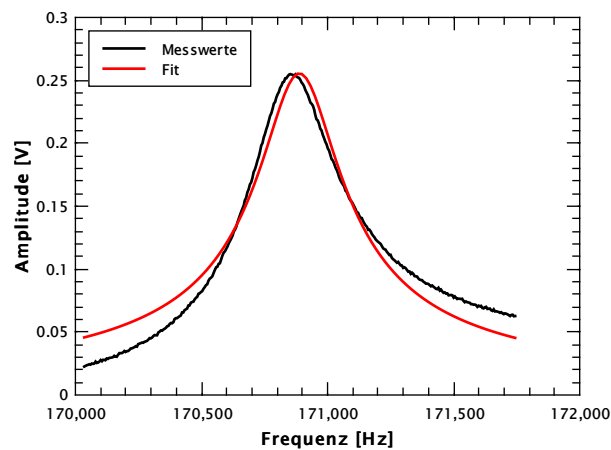


Abbildung 3.1: Resonanzkurve des Cantilevers gefittet mit Gleichung des getriebenen, gedämpften Oszillators

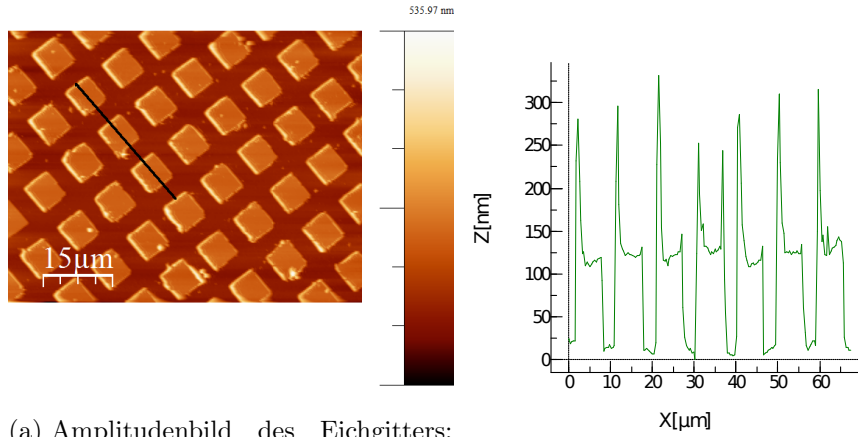
In Abbildung 3.1 ist die aufgenommene Resonanzkurve zu sehen, gefittet mit der Formel

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

des getriebenen, gedämpften Oszillators, siehe Kapitel 2.3 für die Herleitung. 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 ω_0 die Resonanzfrequenz.



(a) Amplitudenbild des Eichgitters; Messung des Gitters eingezeichnet (b) Horizontales Profil des Gitters

Anders als theoretisch errechnet, ist die gemessene Kurve nicht ganz symmetrisch. Dies ist auf die Annäherung des Messkopfes als Massepunkt zurückzuführen.

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 mit einer Gitterperiode von $10\text{ }\mu\text{m}$ verwendet. In Abbildung 3.2a ist eine Teilaufnahme des Gitters zu sehen. Der Abstand zweier Quadrate beträgt laut Messung $10.7\text{ }\mu\text{m}$. 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 Scankopf 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 Probenoberfläche. 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 bestimmt werden.

$$K_{\text{for}} = 4.27 \times 10^6 \text{ As/N}$$

$$K_{\text{rück}} = 5.61 \times 10^6 \text{ As/N}$$

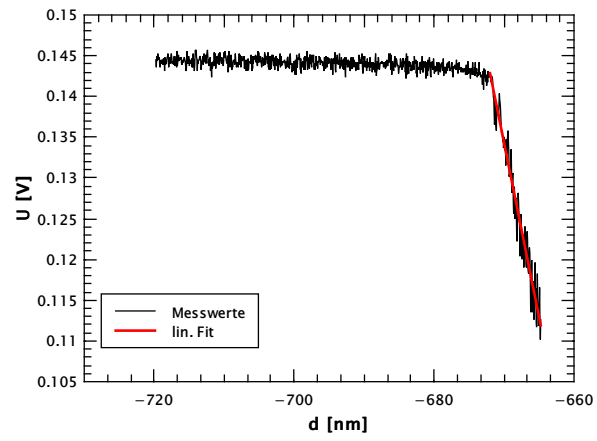


Abbildung 3.3: Vorwärts-Spektroskopie

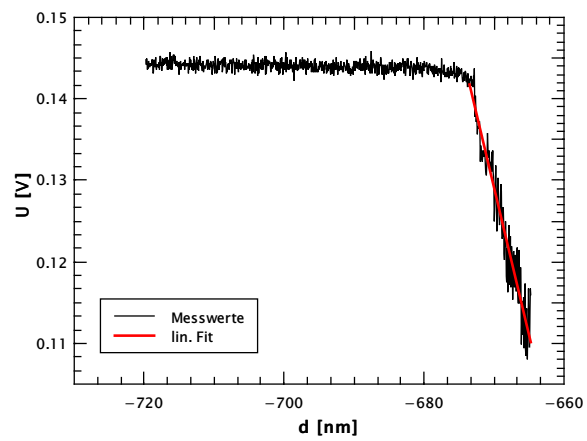
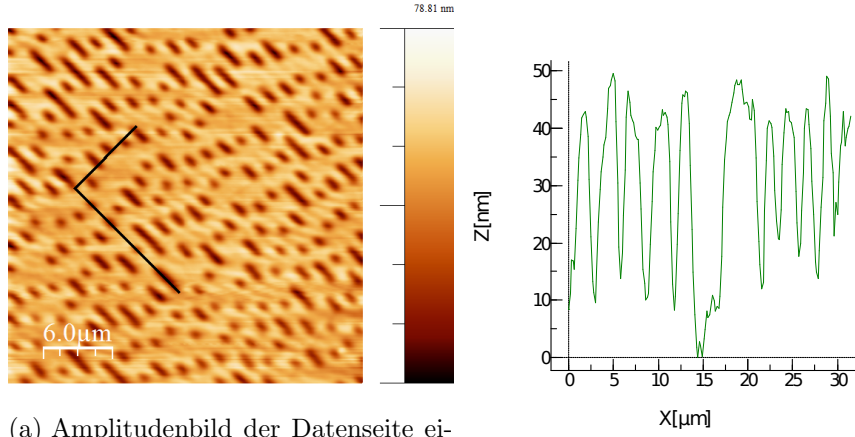


Abbildung 3.4: Rückwärts-Spektroskopie



(a) Amplitudenbild der Datenseite einer CD; Messung eingezeichnet

(b) Horizontales Profil der CD

Mithilfe der Formel $A = \frac{U}{K}$ und der Spannung vor Annäherung an die Probe von $U \approx 140 \text{ mV}$ kann die Amplitude zu

$$A = \frac{U}{K} \approx \frac{140 \text{ mV}}{4.936 \times 10^6 \text{ As/N}} = 29.2 \text{ nm}$$

bestimmt werden.

3.4 Spur-Abstand einer CD

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

Aus Abbildung 3.5a kann der Spurb Abstand zu $1.29 \mu\text{m}$ und die Pitlänge zu $1.42 \mu\text{m}$ bestimmt werden. Die tatsächliche Pitlänge beläuft sich auf die Hälfte der gemessenen, also $0.71 \mu\text{m}$ (Übergangsbereich). Dies entspricht nun der Länge eines Bits auf der CD. Weiter gilt es zu beachten, dass auf einer CD 17 Bits zur Speicherung eines Bytes verwendet werden, statt den herkömmlichen 8 auf Festplatten. Innen- und Außenradius sollen als $r_i = 2.2 \text{ cm}$ und $r_a = 5.9 \text{ cm}$ angenommen werden. Zur Berechnung der Kapazität wird eine spiralförmige Spur von Bits auf der CD angenommen. Verwendet werden die gemessenen Größen Spurb Abstand s und Bitlänge l .

$$\vec{r}_n = (r_i + s n) \begin{pmatrix} \sin(2\pi n) \\ \cos(2\pi n) \end{pmatrix}$$

Für die Gesamtlänge ergibt sich somit

$$L = \frac{2d}{d} \int_0^N dn |\dot{\vec{r}}| = \int_0^N dn s \sqrt{1 + 4\pi^2 \left(\frac{r_i}{s} + n\right)^2}$$

N steht hierbei für die Gesamtanzahl der Spuren

$$N = \frac{r_a - r_i}{s} = 28682$$

Hiermit errechnet sich die gesamte Länge der Spirale zu 7299 m. Für die Kapazität ergibt sich somit

$$\text{Kapazität} = \frac{L}{17 \cdot l \cdot 1024^2} = 577 \text{ MB}$$

Die große Abweichung von 11% kommt wohl durch das unscharfe Messbild, aus dem die tatsächliche Pitlänge und Spurabstand nur schwer bestimmt werden konnten, sowie einer tatsächlich niedrigeren Kapazität der CD zustande.

4 Fazit

Bei diesem Versuch konnte wertvolles Wissen über das Rasterkraftmikroskop erlernt 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. Auch 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 berechnen zu können. Das berechnete Ergebnis stimmt, in großer Näherung, mit der tatsächlichen Kapazität von handelsüblichen CD-Roms überein. Unser Versuch hat geringfügige Messfehler, im Allgemeinen sind unsere Ergebnisse aber gelungen.

Literaturverzeichnis

- [1] <http://file.scirp.org/Html/2-8301839/5ea73474-0e91-41d4-a386-71cdc9f14e20.jpg> 20.09.2019
- [2] <https://de.wikipedia.org/wiki/Van-der-Waals-Kr%C3%A4fte>, 20.09.2019
- [3] <http://www.physik.uni-regensburg.de/studium/praktika/f/fpAFM2010.pdf> 05.11.2019
- [4] <https://de.wikipedia.org/wiki/Rasterkraftmikroskop> 05.11.2019
- [5] <https://www.semanticscholar.org/paper/Canonical-dual-theory-applied-to-a-Lennard-Jo-9d4274eb39d91a8d13119cceccd52e34b6d6c5e0/figure/0> 05.11.2019