

## Rasterkraftmikroskop

# Praktikum - Festkörperphysik

Julia Jacob Mario Alex Hollberg  
julia.jacob@udo.edu mario-alex.hollberg@udo.edu

16. Oktober 2020

TU Dortmund – Fakultät Physik

# **Inhaltsverzeichnis**

<b>1 Ziel</b>	<b>3</b>
<b>2 Theorie</b>	<b>3</b>
2.1 Funktionsweise des Rasterkraftmikroskops . . . . .	3
2.2 Wechselwirkung . . . . .	6
2.3 Messmodi . . . . .	7
2.4 Kraft-Abstands-Kurve . . . . .	7
<b>3 Durchführung</b>	<b>8</b>
<b>4 Auswertung</b>	<b>8</b>
4.1 Messung der Topografie einer Mikrostruktur . . . . .	8
4.2 Topographie einer CD, DVD und Blu-ray . . . . .	11
4.3 Federkonstante, Adhäsionskraft, Elastizitätsmodul mittels Kraft-Abstandskurven	14
<b>5 Diskussion</b>	<b>14</b>
<b>Literatur</b>	<b>15</b>

# 1 Ziel

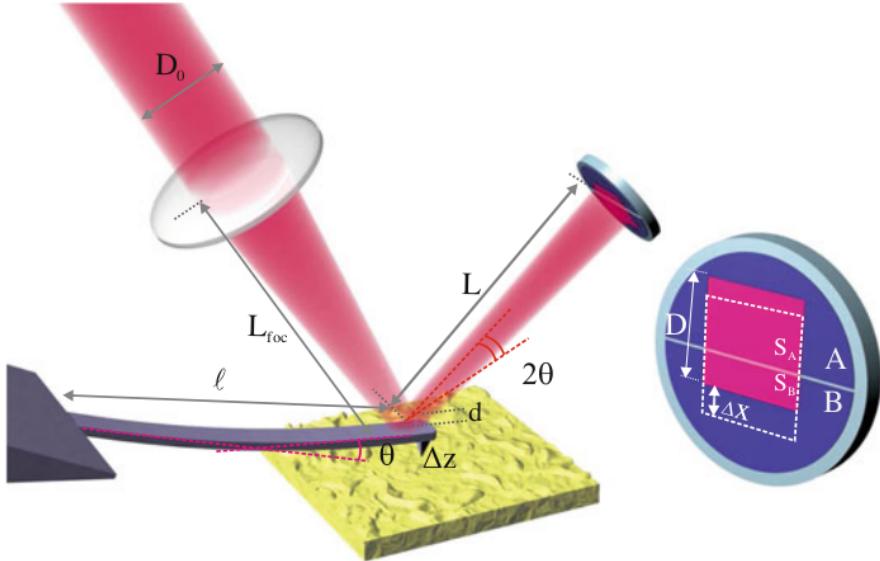
Das Rasterkraftmikroskop wurde 1986 von Gerd Binning, Calvin Quate und Christoph Gerber [1] erfunden und erlaubt eine Auflösung in der Größenordnung von wenigen zehntel Pikometer. Die Auflösung ist damit mindestens genauso gut, wie die des von Christoph Gerber mitentwickelte Rastertunnelmikroskops, mit dem großen Vorteil, nun auch nichtleitende Proben vermessen zu können. Zusätzlich zeichnet sich das Rasterkraftmikroskop durch einen weiteren Vorteil aus: der Handlichkeit. Denn zur Vermessung einer Probe ist kein Vakuum nötig, wodurch das Rasterkraftmikroskop bereits auf einen Bürotisch verwendet werden kann. Anwendung findet das Rasterkraftmikroskop deshalb in sämtlichen Naturwissenschaften, sowie in der Industrie.

In diesem Versuch wird die Topografie einer Probe mit unterschiedlichen Mikrostrukturen, sowie verschiedene Speichermedien: CD, DVD und Blu-ray mittels des Rasterkraftmikroskop im Nicht-Kontakt-Modus untersucht. Anhand einer Kraft-Abstandskurve von Edelstahl, Teflon und einer TiN-Schicht wird abschließend das jeweilige Elastizitätsmodul und die Adhäsionskräfte zwischen Messspitze und Probe bestimmt.

# 2 Theorie

## 2.1 Funktionsweise des Rasterkraftmikroskops

Das Rasterkraftmikroskop basiert auf dem Hookesche Gesetz  $F = -k\Delta z$ , mit der Federkonstante  $k$  und der Auslenkung  $\Delta z$  des Federbalkens bzw. Cantilevers. Bei dem Cantilever handelt es sich um einen Arm, der an einer Seite fest montiert ist und am anderen Ende frei schwingen kann (siehe Abbildung 1).

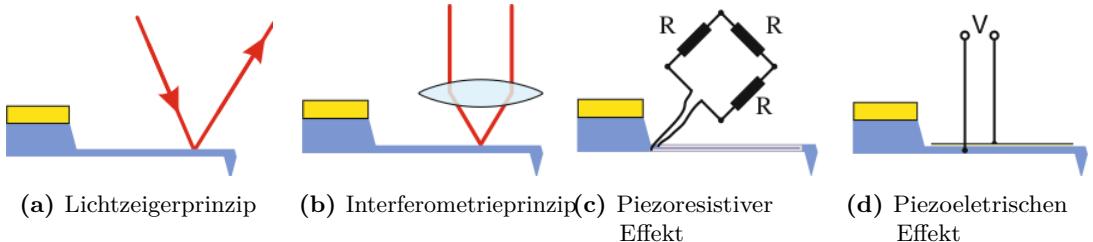


**Abbildung 1:** Schematische Darstellung des Rasterkraftmikroskops. In gelb ist die Probe dargestellt. Von links ragt das Cantilever samt Messspitze auf die Probe. Rotes Laserlicht wird mittels einer Linse auf den Rücken des Cantilevers fokussiert und dort zur Photodiode refelektiert. Es handelt sich in der Abbildung um eine Zweisegment-Photodiode, anstelle einer in diesem Versuch verwendeten Viersegment-Photodiode [2, S. 161].

An dem frei schwingendem Ende ist eine Messspitze, mit einem Radius von weniger als 10 nm. Das Cantilever sollte eine kleine Federkonstante  $k$  haben, damit diese sensibel auf Wechselwirkungen mit der Probe reagiert. Die Größenordnung der Federkonstante  $k$  lässt sich dabei folgendermaßen abschätzen: Das Gewicht eines Atoms ist in etwa  $m_{\text{At}} \approx 10^{-25} \text{ kg}$  und die typische Vibrationsfrequenz von Festkörperatomen liegt bei  $\omega_{\text{vib}} \approx 10^{13} \text{ Hz}$ , damit ergibt sich nach

$$\omega = \sqrt{\frac{k}{m}} \iff k = \omega^2 m \quad (1)$$

eine Federkonstante  $k$  in der von  $\sim 10 \text{ N/m}$  [2, S. 157]. Ein harmonischer Oszillator wird bekanntlich nur dann zur Schwingungen angeregt, wenn die Anregungsfrequenz  $\omega_{\text{ex}}$  deutlich kleiner ist, als die der Resonanzfrequenz  $\omega_{\text{rf}}$ . So sollte auch das Cantilever eine hohe Resonanzfrequenz ( $\gg 10 \text{ kHz}$ ) aufweisen, welche erlaubt, mit hohen Scan-Geschwindigkeiten zu messen. Zusätzlich wird so auch die Stabilität vor Messverfälschungen wie externen Vibrationen gewährleistet. Damit nach Formel 1 die Resonanzfrequenz  $\omega_{\text{rf}}$  klein gehalten wird, sollte das Cantilever wenige  $\mu\text{g}$  wiegen. In Abbildung 2 sind vier verschiedene Verfahren dargestellt, die es erlauben, die Cantileverauslenkung  $\Delta z$  zu bestimmen. Neben dem im Abbildung 1 gezeigten Lichtzeigerprinzip 2a, gibt es das Interferometrieprinzip 2b, den Piezoresistiver Effekt 2c und den Piezoelektrischen Effekt 2d.



**Abbildung 2:** Vier verschiedene Verfahren zur Bestimmung der Cantileverauslenkung  $\Delta z$  [2].

In Abbildung 2c ist ein piezoresistives Element auf das Cantilever angebracht, welches seinen elektrischen Widerstand bei Druck oder Zug ändert. Der elektrische Widerstand wird durch eine Wheatstone-Brücke bestimmt. Das recht kostengünstige piezoresistive Verfahren hat allerdings gegenüber Anderer ein schlechteres Signal-zu-Rauschen-Verhältnis. Bei dem recht neuem Verfahren des Piezoelektrischen-Effekts aus Abbildung 2d besteht der Cantilever selber aus einem Piezokristall. Das Cantilever und ein weiteres Piezoelement besitzen jeweils eine Elektrode. Erfährt das Piezo-Cantilever nun eine Auslenkung, so entsteht eine Spannung zwischen den beiden Elektroden, welche proportional zur Auslenkung ist. Ebenso kann das Cantilever durch den piezoelektrischen Effekt zur Schwingungen angeregt werden, was für dynamische Betriebsmodi von großem Interesse ist. Das Interferometrie- und das Lichtzeigerprinzip aus Abbildung 2a und 2b benötigen einen refelektierenden Punkt auf dem Rücken des Cantilever. Bei dem Interferometrieprinzip wird durch den refelektierende Strahl ein sensibles Interferometer erzeugt, wodurch die Cantileverauslenkung sehr genau bestimmt werden kann. Allerdings ist die Justage sehr kompliziert. Bei dem Lichtzeigerprinzip wird das refelektierende Laserlicht von einem Detektor aufgenommen. Besteht der Detektor aus zwei Photodioden, so lässt sich die Auslenkung  $\Delta z$  bestimmen (siehe Abbildung 1). Erfährt das Cantilever eine Auslenkung in vertikaler Richtung  $z$ , so ändert sich der Winkel  $\theta$  des Strahlenganges und damit die Position  $\delta y$  des Laserpunktes auf dem Detektor. Die beiden Photosegmente registrieren nun wesentlich verschiedene Intensitäten, was zurück auf die Auslenkung geführt werden kann. Besteht der Detektor aus vier Photodioden, können zusätzlich laterale Auslenkungen bestimmt werden. Analog zur vertikalen Verschiebung  $\Delta y$ , lässt sich die Verschiebung  $\Delta x$ , zur Bestimmung der laterale Auslenkung, messen. Die Position des Laserstrahls auf dem Detektor, und damit die vertikale und laterale Auslenkung, lässt sich folgendermaßen über die Laserintensität der vier Photodioden bestimmen:

$$\Delta x = \frac{(S_2 + S_3) - (S_1 + S_4)}{S_0} \quad \Delta y = \frac{(S_1 + S_2) - (S_3 + S_4)}{S_0} \quad (2)$$

wobei die Intensitäten  $S_i$  mit  $i \in 1,..,4$  jene der jeweiligen Photodiode sind. Da die angekommende Intensität fluktuiert, wird auf die gesamte Intensität  $S_0$  normiert. Im Detektor werden  $N$  Photonen pro Zeitintervall  $\Delta t$  registriert und erzeugen damit einen Strom. Mit diesem Ansatz hängt das Auflösungsvermögen [2, S. 165] in vertikalen Auslenkung  $\Delta z$  von folgenden Faktoren ab:

$$\Delta z = \frac{l\lambda}{6d} \frac{S}{N} \sqrt{\frac{2eB}{S_0 R}}, \quad (3)$$

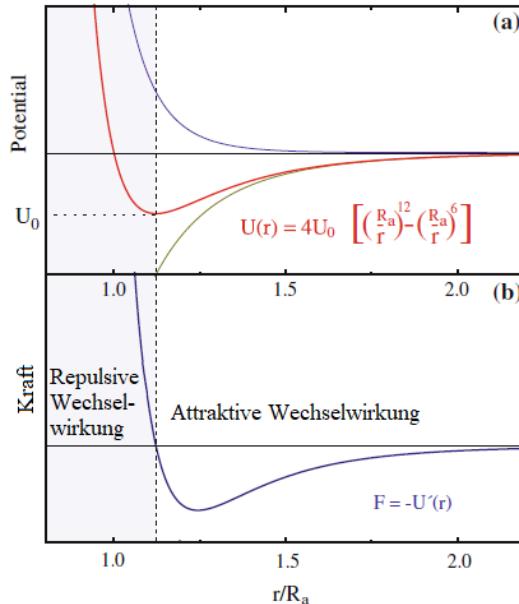
mit der Cantileverlänge  $l$ , der Wellenlänge des Lasers  $\lambda$ , dem Durchmesser  $d$  des Laserstrahls beim reflektieren, dem Signal-zu-Rauschen-Verhältnis  $\frac{S}{N}$ , der Bandbreite  $B = \frac{1}{\Delta t}$  und der Sensitivität  $R$  der Photodiode.

## 2.2 Wechselwirkung

Sobald der Abstand zwischen Messspitze und Probe genügend gering ist, wirken elektrostatische, Van-der-Waals- und/oder Kapillar-Kräfte, sowie Kräfte bedingt durch das Pauli-Prinzip. Vor allem dominieren hier die Van-der-Waals-Kräfte und die Kräfte bedingt durch das Pauli-Prinzip, welche durch das Lennard-Jones-Potential

$$U_{\text{LJ}} = 4U_0 \left[ \left( \frac{R_a}{r} \right)^{12} - \left( \frac{R_a}{r} \right)^6 \right] \quad (4)$$

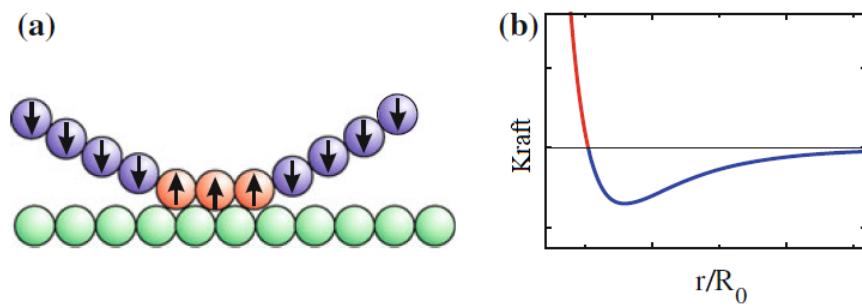
angenähert werden kann. Die Potentialtiefe wird dabei durch  $U_0$  und der Abstand des Kraftminimums  $\frac{\partial U_{\text{LJ}}}{\partial r}$  durch  $R_a$  definiert. Der attraktive Term  $\left( \frac{R_a}{r} \right)^6$  gibt dabei die Van-der-Waals-Kräfte und der repulsive Term  $\left( \frac{R_a}{r} \right)^{12}$  die Kräfte bedingt durch das Pauli-Prinzip wieder.



**Abbildung 3:** Annäherung der Wechselwirkung zwischen Messspitze und Probe durch das Lennard-Jones-Potential (a). In (b) ist die resultierende Kraft  $\frac{\partial U_{\text{LJ}}}{\partial r}$  dargestellt [2, S. 148].

## 2.3 Messmodi

Zunächst werden die Messmodi in dynamische und statische Verfahren unterteilt. Bei der dynamischen Messmodi schwingt das Cantilever nahe der Resonanzfrequenz kontaktlos an der Probe. Wechselwirkt die Probe nun mit dem Cantilever, so verändert sich die Cantileverschwingung geringfügig, wodurch die Topografie der Probe bestimmt werden kann. Bei der statischen Messmethoden wird die Messspitze über die Probe gerastert und die Cantilever erfährt nach dem Hookeschen Gesetz eine Auslenkung. Die beiden gängisten Messmodi sind der *Constant-Force* und der *Constant-Height*-Modus. Bei dem *Constant-Force*-Modus wird die Auslenkung  $\Delta z$ , und damit die Kraft, konstant gehalten. Dabei kann eingestellt werden, ob die repulsive (kontaktlos) oder anziehende Kraft (Kontakt) konstant gehalten werden soll. Um jene Kraft konstant halten zu können, wird der Detektorstrom in eine Signalspannung  $\Delta U$  transformiert, sodass mittels eines *Feedback-loops* bei zu schwacher/starker Auslenkung  $\Delta z$  die z-Position durch den z-Piezoelement des Cantilevers korrigiert werden kann. So lassen sich besonders harte Proben schnell abgescannten. Weiterhin erlaubt der *Constant-Force*-Modus weiche Probe unbeschädigt abzumessen. Ein Nachteil ist, dass die laterale Auflösung durch die 1-10 nm kleine Kontaktstelle begrenzt ist (siehe Abbildung 4).



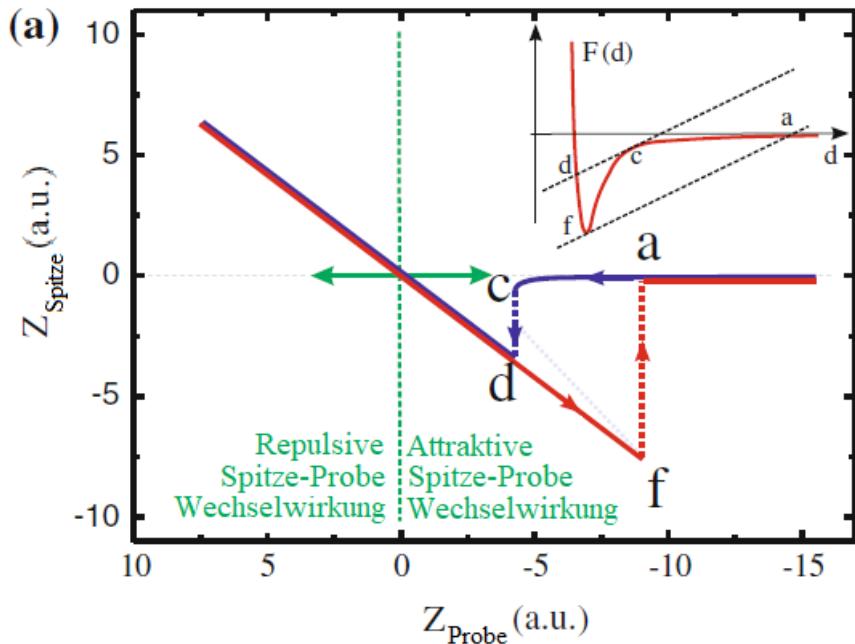
**Abbildung 4:** Schematische Darstellung des *Constant-Force* Modus bezüglich der wirkenden Kräfte zwischen Messspitze und Probe [2, S. 179].

Bei dem *Constant-Height*-Modus wird die Höhe zwischen Messspitze und Probe konstant gehalten. So kann beispielsweise bei magnetischen Wechselwirkungen die Probe kontaktlos abgerastert werden. Der *Constant-Height*-Modus funktioniert ganz ohne einen *Feedback-loops*, wodurch das Abscannen schneller ist. Allerdings findet der *Constant-Height*-Modus hauptsächlich bei weitreichende Kräfte anwendung. Beide statische Modi finden nur für relativ ebene Proben eine Anwendung, denn bei starken Änderungen in der Topografie kommt es zu Artefakten.

## 2.4 Kraft-Abstands-Kurve

Neben topografische Karten, lassen sich auch mittels der Kraft-Abstands-Kurve das Elastizitätsmodul  $\epsilon$  einer Probe bestimmen. In Abbildung 5 ist eine ideale Kraft-Abstands-Kurve dargestellt, wobei die rote/blaue Kurve die sich annähernde/entfernende Messspitze

beschreibt. Im Punkt (a) sind Probe und Messspitze noch nicht in Kontakt. Nachdem der Abstand zur Probe genügend klein ist und die attraktive Van-der-Waals-Kraft auf die Messspitze wirkt, kommt es im Punkt (c) zu einem *snap-to-contact*. Im Punkt (d) wirkt sofort die repulsive Kraft bedingt durch das Pauli-Prinzip und ein linearer Anstieg ist zu erkennen. Sobald die Kraft auf die Probe gemindert wird, nimmt die Kraft-Abstands-Kurve, aufgrund der starken attraktiven Adhäsionskraft, linear bis zum Punkt (f) ab. Im Punkt (f) kommt es schließlich zum *snap-out-contact*.



**Abbildung 5:** Ideale Kraft-Abstands-Kurve, wobei rot die annähernde und blau die entfernende Messspitze darstellt. (a) Messspitze noch nicht mit der Probe in Kontakt. (c) Die Messspitze ist genügend nah dran und es kommt zum *snap-to-contact*. (d) repulsive Kraft bedingt durch das Pauli Prinzip. (f) Abstand genügend entfernt und es kommt zum *snap-out-contact* [2, S. 184]

### 3 Durchführung

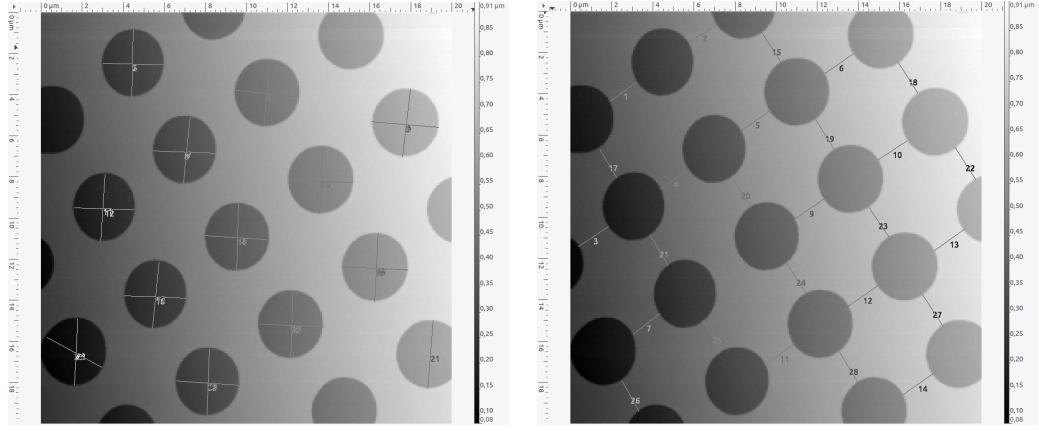
PIEZ0!

## 4 Auswertung

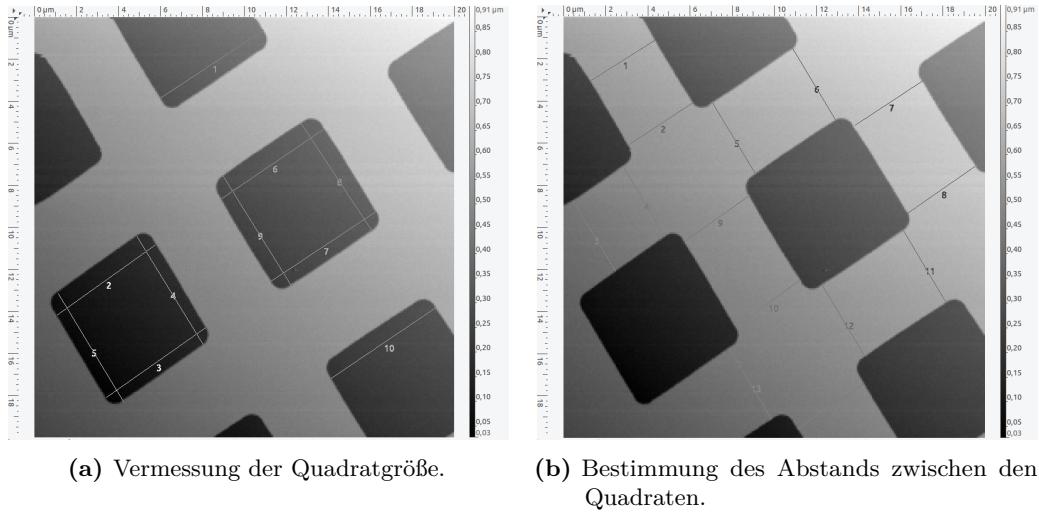
## 4.1 Messung der Topografie einer Mikrostruktur

Im Verlauf der ersten Versuchsreihe werden verschiedene Strukturformen auf einer Mikrostrukturprobe betrachtet. Mittels des AFM-Aufbaus werden von den drei vorhandenen

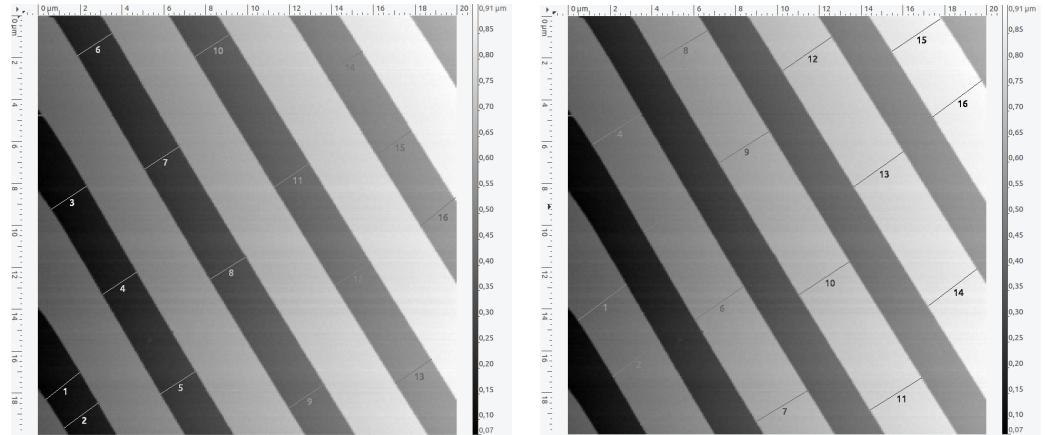
Strukturen AFM-Bilder aufgenommen. Es wird jeweils eine  $(20 \times 20) \mu m$  große Fläche vermessen. In den Abbildungen (6) bis (8) sind diese Bilder zu sehen.



**Abbildung 6:** Vermessung der Kreisstruktur auf der Mikrostrukturprobe. Aufgenommen wurde eine Fläche der Größe von  $(20 \times 20) \mu m$ . Zur Vermessung der jeweiligen Strecken wurde das 'distance and directinos-Tool' des Auswertungsprogramm Gwyddion verwendet.



**Abbildung 7:** Vermessung der Quadratstruktur auf der Mikrostrukturprobe. Aufgenommen wurde eine Fläche der Größe von  $(20 \times 20) \mu m$ . Zur Vermessung der jeweiligen Strecken wurde das 'distance and directinos-Tool' des Auswertungsprogramm Gwyddion verwendet.



(a) Vermessung der Streifenbreite.

(b) Vermessung des Abstands zwischen zwei Streifen.

**Abbildung 8:** Vermessung der Streifen auf der Mikrostrukturprobe. Aufgenommen wurde eine Fläche der Größe von  $(20 \times 20) \mu\text{m}$ . Zur Vermessung der jeweiligen Strecken wurde das 'distance and directinos-Tool' des Auswertungsprogramm Gwyddion verwendet.

**Tabelle 1:** Messwerte der Mikrostrukturprobe. Aufgelistet sind die gemittelten Werte der vermessenen Strecken und Abstände. Der Strukturabstand ergibt sich aus der Summe von Größe und Abstand der Mikrostruktur.

	Kreis	Quadrat	Streifen
Größe / $\mu\text{m}$	$3,177 \pm 0,096$	$5,958 \pm 0,120$	$2,037 \pm 0,039$
Abstand / $\mu\text{m}$	$1,688 \pm 0,052$	$3,839 \pm 0,089$	$2,832 \pm 0,061$
Strukturabstand / $\mu\text{m}$	$4,865 \pm 0,109$	$9,797 \pm 0,149$	$4,869 \pm 0,072$
Datenblatt / $\mu\text{m}$	5	10	5
Abweichung / %	2,7	2,03	2,62

## 4.2 Topographie einer CD, DVD und Blu-ray

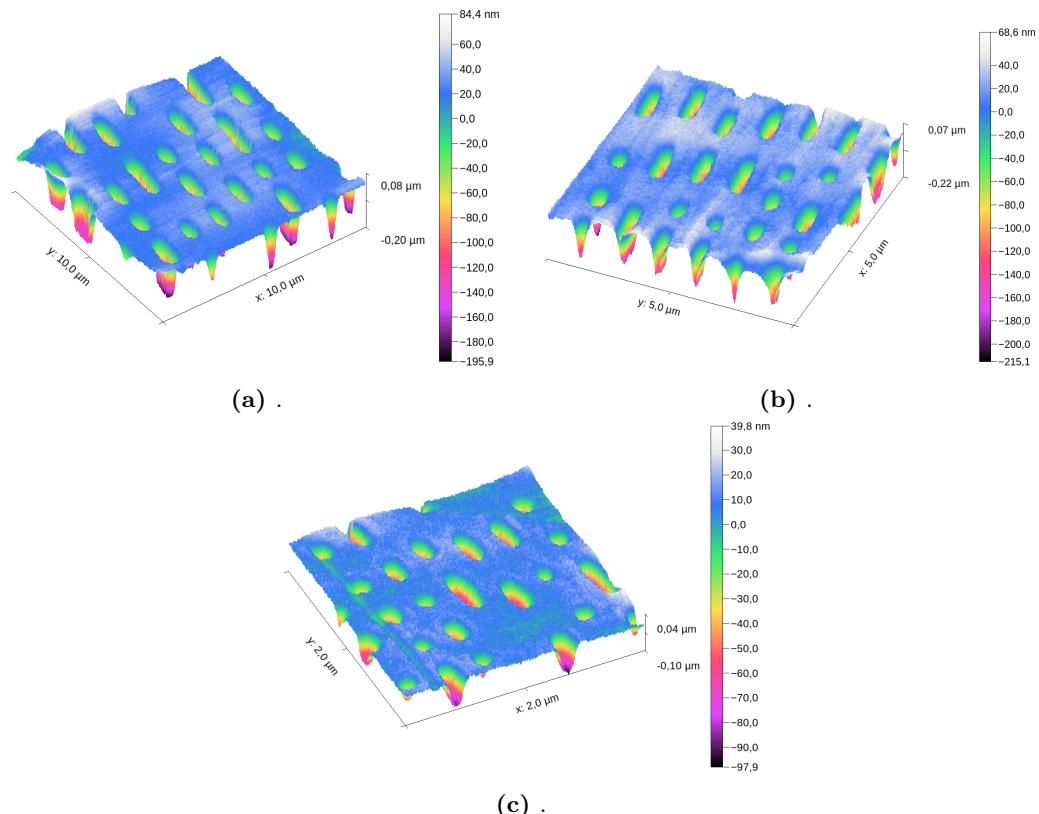
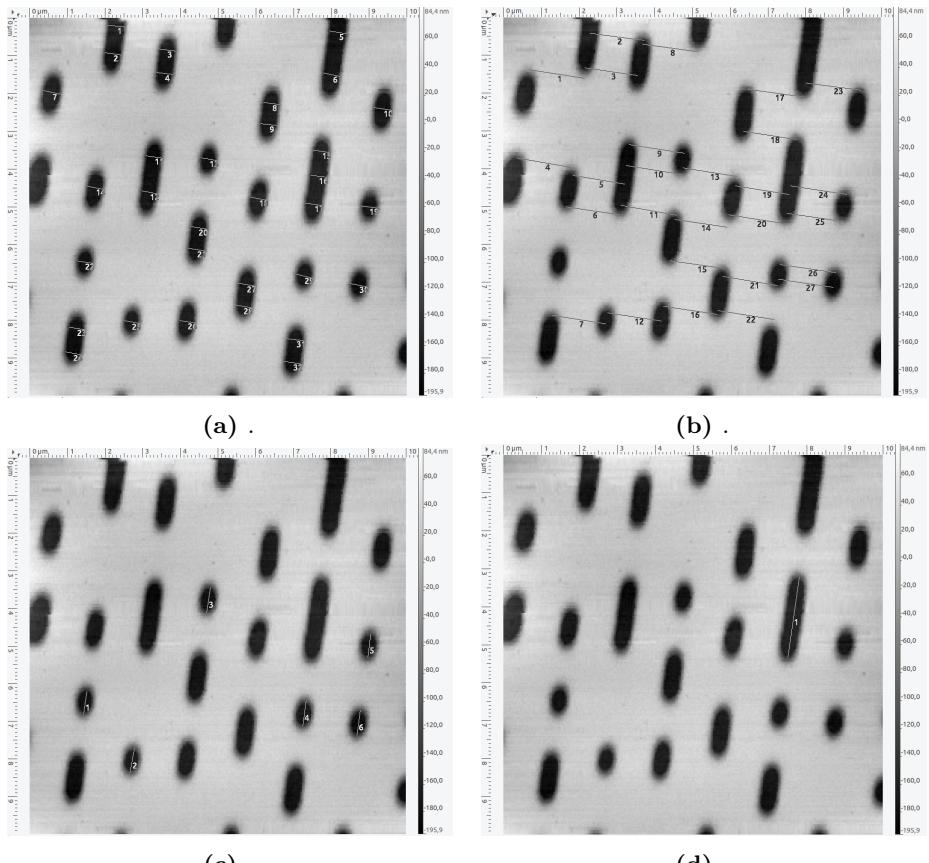
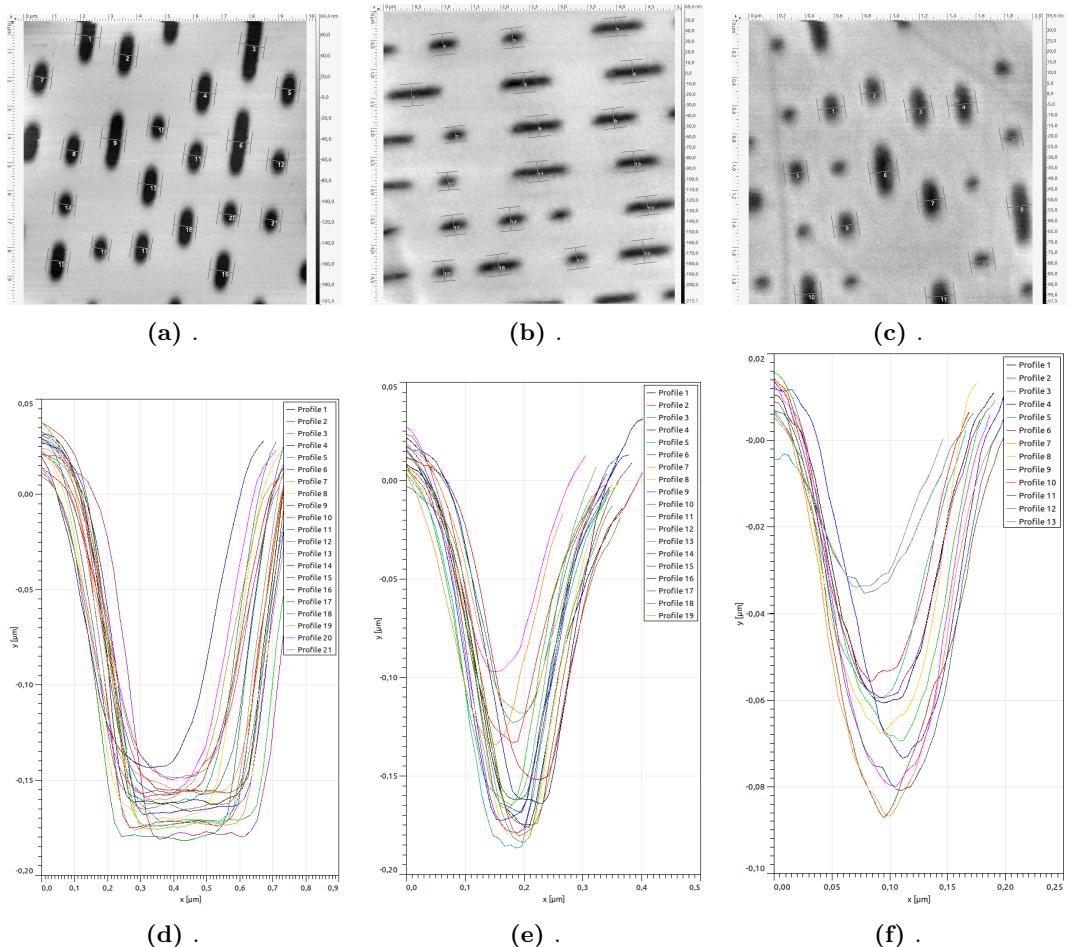


Abbildung 9: .



**Abbildung 10:** .

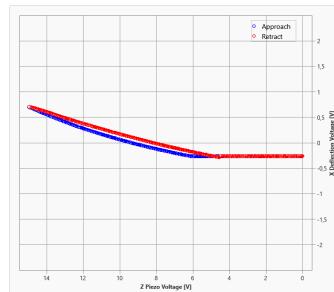


**Abbildung 11:**

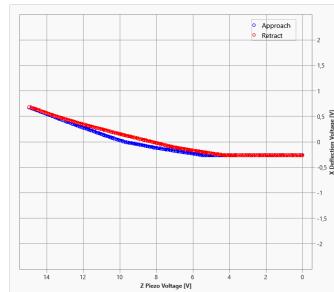
**Tabelle 2:**

	CD	DVD	Blueray
Abstand / $\mu\text{m}$	$1,459 \pm 0,031$	$0,778 \pm 0,014$	$0,314 \pm 0,008$
Breite / $\mu\text{m}$	$0,454 \pm 0,023$	$0,153 \pm 0,009$	$0,102 \pm 0,008$
Minimale Länge / $\mu\text{m}$	$0,656 \pm 0,025$	$0,299 \pm 0,022$	$0,098 \pm 0,007$
Maximale Länge / $\mu\text{m}$	2,127	$0,858 \pm 0,022$	0,436
Pittiefe /			

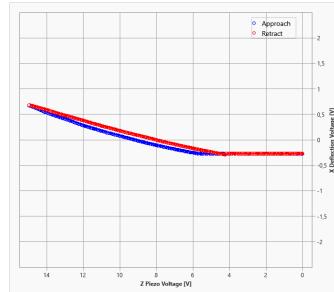
### 4.3 Federkonstante, Adhäsionskraft, Elastizitätsmodul mittels Kraft-Abstandskurven



(a) .



(b) .



(c) .

Abbildung 12: .

## 5 Diskussion

Tabelle 3: .

	Kreis	Quadrat	Streifen
Strukturabstand / $\mu\text{m}$	$4,865 \pm 0,109$	$9,797 \pm 0,149$	$4,869 \pm 0,072$
Datenblatt / $\mu\text{m}$	5	10	5
Abweichung / %	2,7	2,03	2,62

## 6 Anhang

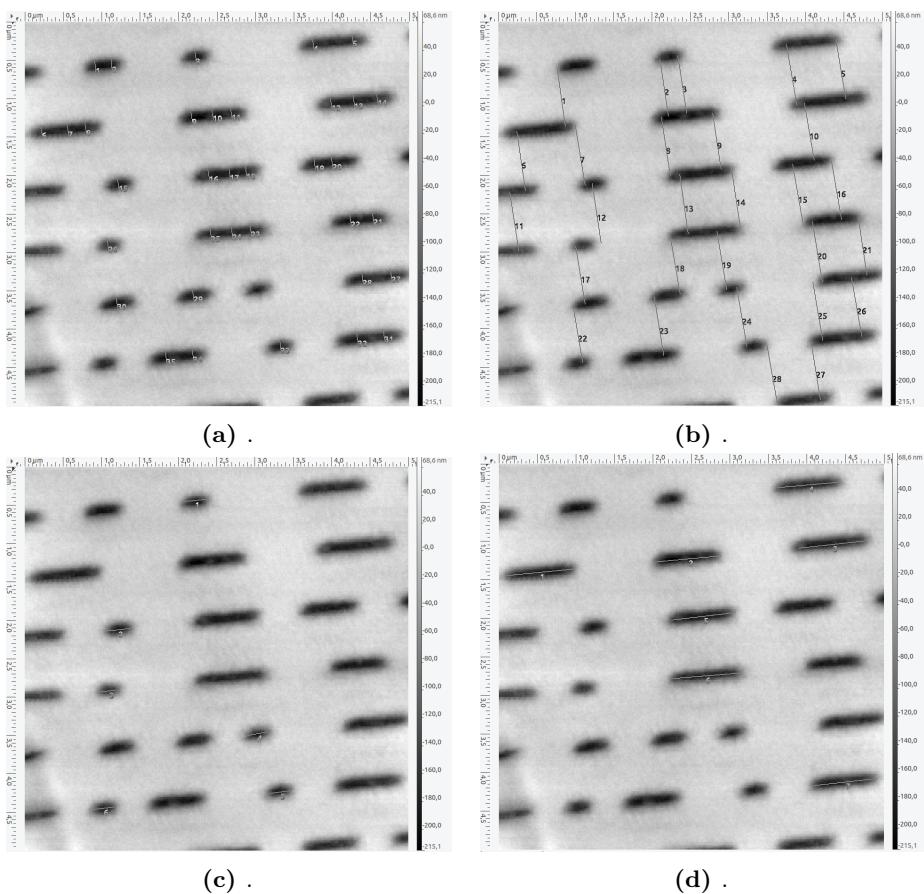
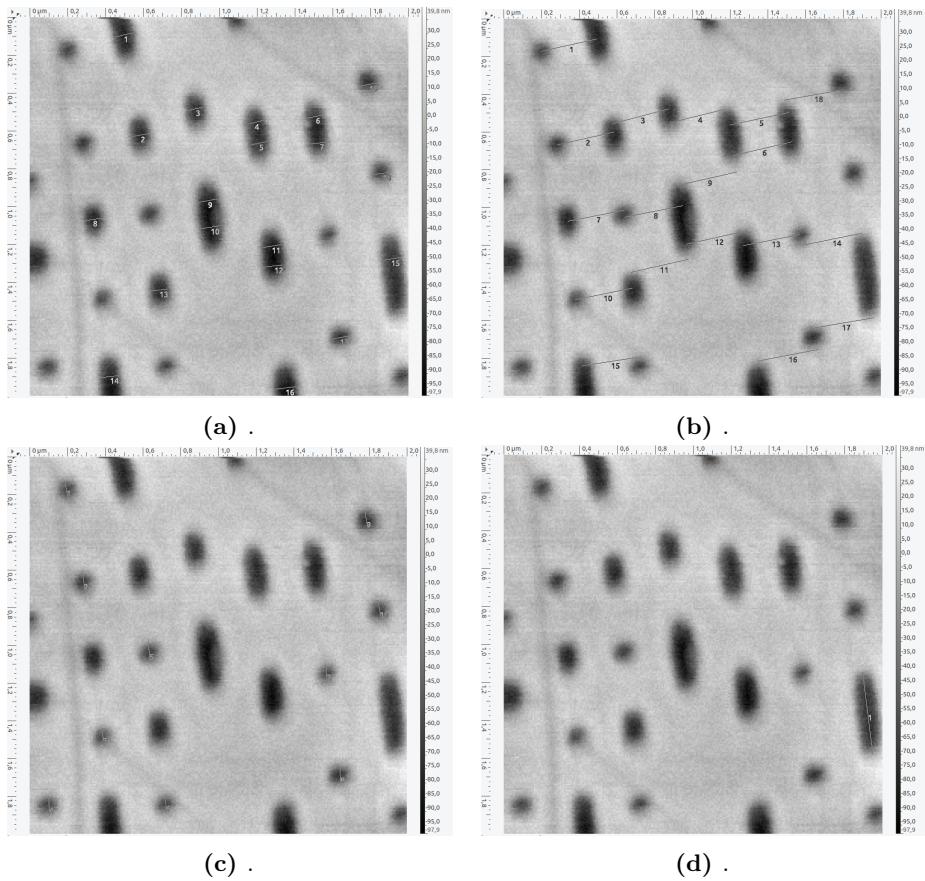


Abbildung 13: .



**Abbildung 14:** .

## Literatur

- [1] G. Binning, C. Quate und C. Gerber, „Atomic Force Microscope“, Phys. Rev. Lett. **56**, 930–933 (1986).
- [2] B. Voigtländer, *Scanning Probe Microscopy - Atomic Force Microscopy and Scanning Tunneling Microscopy* (Springer Verlag, 2015).
- [3] T. Dortmund, *Versuch zum Literaturverzeichnis* (2014).
- [4] T. Dortmund, ... [http....](http://)