

TECHNISCHE UNIVERSITÄT DORTMUND

FORTGESCHRITTENEN PRAKTIKUM FESTKÖRPERPHYSIK

Rasterkraftmikroskopie

Melina Helfrich, melina.helfrich@tu-dortmund.de

Felix Landmeyer, felix.landmeyer@tu-dortmund.de

DURCHFÜHRUNG AM 25. APRIL 2019

ABGABE AM 11.06.19

KORREKTURABGABE AM 15.07.19

1 Einleitung

In diesem Versuch wird mit Hilfe eines Rasterkraftmikroskops die Oberflächenstruktur unterschiedlicher Proben untersucht. Dadurch werden beispielsweise die Spurbreiten einer CD, DVD und Blu-ray miteinander verglichen. Des Weiteren werden Kraft-Abstandskurven aufgenommen, woraus sich die Adhäsionskräfte zwischen der Probe und der Messspitze sowie E-Module bestimmen lassen.

2 Theorie

2.1 Grundprinzip

Rasterkraftmikroskope (engl. Atomic-Force-Microscope AFM) bieten die Möglichkeit, Strukturen in Größenordnungen von einzelnen Atomen aufzulösen. Daher findet das AFM seine Anwendung besonders in der Oberflächenphysik, aber auch in Bereichen der Pharmazie ([1]). Das grundlegende Prinzip basiert darauf, dass eine Messspitze die Oberfläche einer zu untersuchenden Probe abfährt. Durch die Wechselwirkungen, die sich zwischen Messspitze und Probe ausbilden, wird der bewegliche Arm (Cantilever), an dem die Messspitze befestigt ist, ausgelenkt. Diese Auslenkungen können registriert und in ein Signal umgewandelt werden. Dadurch wird ein Höhenprofil der Oberfläche erzeugt. Bei den Wechselwirkungen kann zwischen repulsiven und anziehenden Kräften unterschieden werden. Zu den repulsiven Kräften gehören die Coulomb-Abstoßung und Kräfte, die auf dem Pauli-Prinzip beruhen. Diesen entgegen gerichtet sind die Van-der-Waals-Kräfte. Befindet sich der Versuchsaufbau nicht im Vakuum, bilden sich auf der Probenoberfläche Wasser-Monolayer aus. Das sorgt dafür, dass sich zwischen der Messspitze und der Oberfläche zusätzliche Kapillarkräfte ausbilden, die ebenfalls zu den anziehenden Kräften gezählt werden. Der Zusammenhang zwischen dem Abstand der Messspitze zur Probenoberfläche und den vorherrschenden Kräften kann durch das Lennard-Jones Potential angenähert werden und ist in Abbildung 1 dargestellt. Denn das Potential der Form

$$U_{\text{LJ}} = 4\epsilon \left(\left(\frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r} \right)^6 \right) \quad (1)$$

beschreibt sowohl die repulsiven Kräfte nahe der Probenoberfläche, als auch die r^{-6} -Abhängigkeit der Van-der-Waals-Kräfte. Wichtig ist zu beachten, dass das Lennard-Jones-Potential nur als Näherung genutzt werden kann, da es die Kapillarkräfte vernachlässigt.

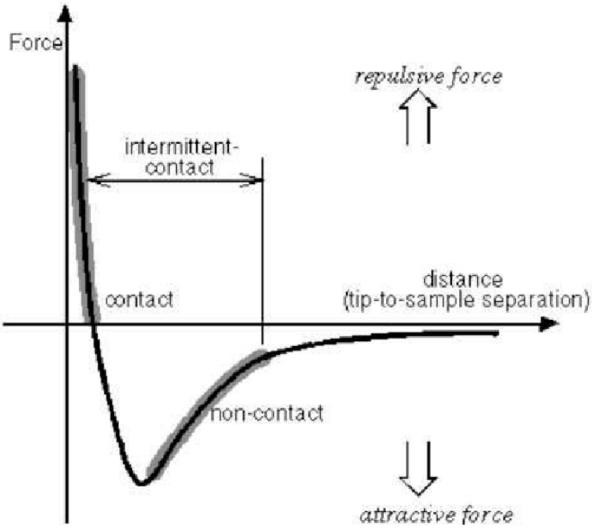


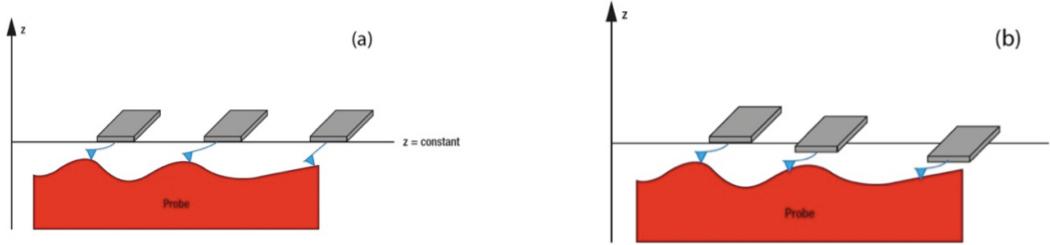
Abbildung 1: Zusammenhang zwischen den Wechselwirkungen zwischen Messspitze und Probenoberfläche und deren Abstand. Zusätzlich sind die Bereiche des Kontakt- und Nicht-Kontakt-Modus eingezeichnet [2].

In der Abbildung 1 sind zusätzlich die Bereiche der unterschiedlichen Modi angedeutet, in denen ein Rasterkraftmikroskop verwendet werden kann. Diese werden in zwei Kategorien unterteilt. Zum Einen gibt es den Dynamischen Modus. Dabei stehen die Messspitze und die Probenoberfläche in keinerlei Kontakt. Bei dieser Methode wird eine Frequenzverschiebung als Signal aufgenommen. Dafür wird der Federbalken zu Schwingungen angeregt, die nahe der Resonanzfrequenz sind. Sobald es zu Wechselwirkungen kommt, verändert sich die Resonanzfrequenz. Diese Veränderung kann dann als Signal aufgenommen und weiterverarbeitet werden. Dieser Modus liefert die höchstmögliche Auflösung, die mit einem Rasterkraftmikroskop erreicht werden kann.

Im Gegensatz dazu steht der Statische Modus. Dabei stehen Probe und Messspitze in direktem Kontakt, was bedeutet, dass im Bereich der repulsiven Kräfte gearbeitet wird. Hierbei wird wiederum zwischen *Constant-Force-* und *Constant-Height-Modus* unterschieden. Wie dem Namen zu entnehmen ist, wird bei dem Constant-Height-Modus der Federbalken während der Messung auf einer konstanten Höhe gehalten. Durch das Abtasten der Probenoberfläche wird dabei der Cantileverarm unterschiedlich stark gebeugt, woraus sich dann ein Signal und letztendlich ein Höhenprofil der Probenoberfläche ergibt. Ein Nachteil dieser Methode besteht darin, dass es besonders bei weichen Proben zu Verformungen der Oberfläche und so zu Verfälschungen der Aufnahmen führen kann. Für harte Oberflächen ist diese Variante aufgrund der höheren Messgeschwindigkeit aber gut geeignet. Bei dem Constant-Force-Modus wird eine konstante voreingestellte Kraft zwischen der Spitze und der Probe und somit die Auslenkung des Federbalkens aufrecht erhalten. Kommt es aufgrund von Höhenänderungen zu einer veränderten Auslenkung, sorgt der Regelkreis für eine Nachregelung der Probenhöhe. Das daraus resultierende Rückkopplungssignal liefert dabei die gewünschten Informationen. Durch diesen Regelkreis ist die Messgeschwindigkeit in diesem Modus im Allgemeinen geringer als im Constant-Height-Modus. Dafür ist die Belastung der Probe und des Cantilevers aufgrund der voreingestellten Kraft geringer und somit eignet dieser Modus sich besser für weiche Oberflächen. Abbildung 2 dient der Veranschaulichung des Unterschieds der unterschiedlichen Modi des Rasterkraftmikroskops.

2.2 Kraft-Abstand-Kurven

Zusätzlich zu der Aufnahme von Informationen über das Höhenprofil von Probenoberflächen ist es mithilfe eines Rasterkraftmikroskops möglich, Kraft-Abstand-Kurven aufzunehmen. Diese Kurven erlauben es, das Elastizitätsmodul verschiedener Stoffe zu bestimmen. Für eine solche



(a) Darstellung des Constant-Height-Modus des Rasterkraftmikroskops. Hierbei wird die Höhe des Cantilevers konstant gehalten und die aus der Probenoberfläche resultierende Auslenkung detektiert.

(b) Darstellung des Constant-Force-Modus des Rasterkraftmikroskops. Dabei wird die Kraft zwischen Probe und Messspitze mithilfe eines Regelkreises konstant gehalten.

Abbildung 2: Gegenüberstellung der unterschiedlichen Modi, die bei der Untersuchung von Probenoberflächen mit einem Rasterkraftmikroskop im Kontakmodus möglich sind [3].

Messung wird die Probe mithilfe des beweglichen Probentischs an die Messspitze angenähert und daraufhin wieder von dieser entfernt. Aufgrund der sich ausbildenden Wechselwirkungen kommt es zu der in Abbildung 3 dargestellten Kraft-Abstand-Kurve. In rot ist dabei die Annäherung und in grün die Entfernung von Probe und Messspitze dargestellt. Zu Beginn stehen Probe

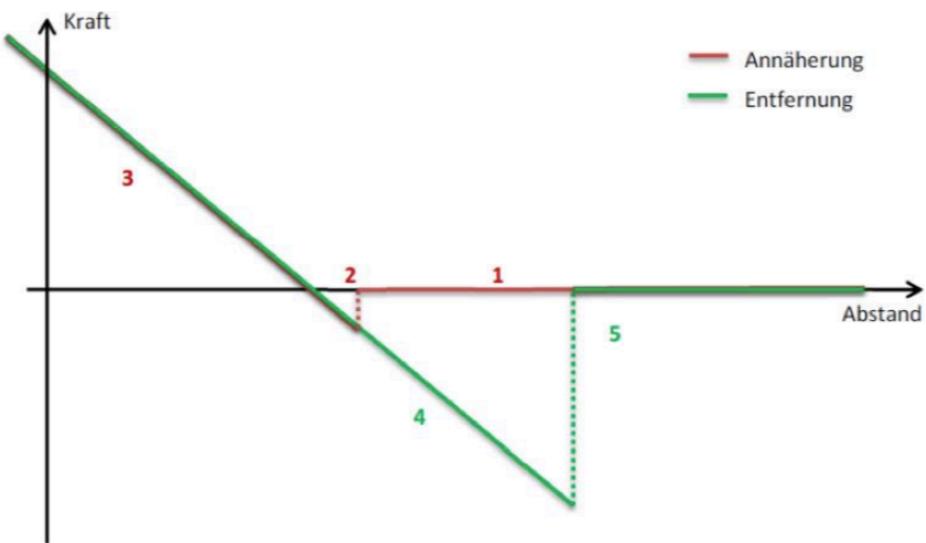


Abbildung 3: Darstellung einer idealisierten Kraft-Abstand-Kurve. Gekennzeichnet sind die Bereiche der unterschiedlichen Zustände bei der Aufnahme der Kurve [4].

und Cantilever aufgrund des hinreichend großen Abstandes in keinerlei Kontakt (1). Sobald der Abstand gering genug ist, damit sich die Van-der-Waals-Kräfte ausbilden, kommt es zu einem sogenannten *Snap-In* und Probe und Messspitze treten in Kontakt (2). Dadurch kommt es zur zusätzlichen Ausbildung der repulsiven Kräfte (3). Wenn der Abstand wieder vergrößert wird, bleiben Probe und Messspitze solange bis die Rückstellkraft des Cantilevers größer ist als die vorherrschenden Kapillar- und Adhäsionskräfte (4). Sobald dieser Punkt erreicht ist, kommt es zum *Pull-off* (5) und somit zur Lösung des Kontakts [5].

2.3 Detektionsarten

Um die Auslenkung des Cantilevers zu bestimmen, gibt es unterschiedliche Möglichkeiten. Dabei gibt es zwei optische Varianten. Bei dem Laserzeigerprinzip wird ein Laserstrahl auf

den reflektierenden Teil des Cantilevers fokussiert. Der reflektierte Laserstrahl trifft auf einen positionssensitiven Detektor. Diese Viersegment-Photodiode liefert die Informationen zusammen mit dem Controller über die Auslenkung an den weiter an den angeschlossenen Computer. Eine andere Möglichkeit besteht in der Verwendung der optischen Interferometrie. Diese Methode ist allerdings limitiert durch die Wellenlänge des verwendeten Lasers. Die Auslenkung kann ebenfalls über das Einbinden eines Rasterelektronenmikroskops in den Versuchsaufbau bestimmt werden. Dieses Vorgehen weist eine hohe Sensitivität auf, ist allerdings anfällig gegenüber thermischem Driften. In der letzten Variante wird eine Gegenelektrode gegenüber vom Cantilever platziert und die Informationen somit kapazitiv aufgenommen. Dies ist eine platzsparende Möglichkeit ein Rasterkraftmikroskop zu verwirklichen [6].

2.4 Störungsfaktoren und Artefakte

Während der Messung mit einem Rasterkraftmikroskop kann die Aufnahme durch äußere Faktoren verfälscht werden. Dazu gehören Vibratoren, die aber leicht durch einen schwingungsisolierten Messtisch ausgeglichen werden können. Schwieriger zu vermeiden, ist ein thermischer Drift. Aufgrund von thermischer Ausdehnung zwischen Probe und Cantilever kann es zu Verschiebungen im Nanometer-Bereich kommen, daher ist es wichtig, Referenzmessungen durchzuführen.

Bei einer Messung mit dem Lichtzeigerprinzip kann es zu falschen Messergebnissen kommen, wenn zusätzlich zu dem Cantilever die Probe reflektierend ist.

Wenn eine Messung im dynamischen Modus durchgeführt wird und die Resonanzfrequenz nah am Frequenzbereich von Alltagsgeräuschen liegt, kann es leicht zu Ungenauigkeiten kommen. Um dies zu vermeiden, können Schallschutzboxen verwendet oder im Vakuum gemessen werden, solange die Probe dies zulässt. Zusätzlich zu den äußeren Einflüssen kann es zu Artefakten aufgrund des Versuchsaufbaus selber kommen. Da die Spitzengröße des Cantilever die Auflösung des Mikroskops bestimmt, kann sie zu Artefakten führen. Wenn die Spitze größer ist als ein Atom, kommt es zu Wechselwirkungen mit Stellen der Probenoberfläche, die nicht zu dem zu untersuchenden Bildpunkt gehören. Ein weiteres Problem des Versuchsaufbaus versteckt sich im Piezoelement und in dem Effekt der Hysterese. Sein Verhalten wird als linear angenommen. In Realität jedoch verhält das Piezo-Element sich während seiner Ausdehnung anders als bei dem Zusammenziehen, was zur Streckung der Aufnahme führen kann. Um diese Streckung des Bildes während der Aufnahme der Bilder zu vermeiden, kann während der Messung eine Nachregelung (Strain Gauge) durchgeführt werden.

3 Aufbau

In Abbildung 4 ist der schematische Aufbau eines Rasterkraftmikroskops zu sehen. In dem nachfolgenden Versuch wird das zuvor beschriebene Lichtzeigerprinzip zur Detektion der Auslenkung verwendet. Dabei wird ein Laser der Wellenlänge 635 nm verwendet. Zudem werden alle Messungen im Constant-Force-Modus durchgeführt. Ein wichtiger Bestandteil des Rasterkraftmikroskops ist der Cantilever. An ihm ist die Messpitze befestigt, die in diesem Versuch im direkten Kontakt mit der Probenoberfläche steht und diese Stück für Stück untersucht. Der Cantilever besteht aus einem reflektierenden Material, um den auf ihn fokussierten Laserstrahl auf einen positionsensitiven Detektor zu reflektieren. Kommt es nun aufgrund einer Veränderung im Profil der Probenoberfläche zu einer Veränderung der Stellung des Cantilevers, registriert der Detektor diese Abweichung und das Signal kann im digitalen Signalprozessor ausgelesen werden. Unterhalb der Messspitze befindet sich die jeweilige zu untersuchende Probe auf einem beweglichen Probentisch. Angetrieben wird dieser Tisch durch ein Closed-Loop-Piezo-Element. Das bedeutet, dass x-, y- und z-Achse durch einen Piezo-Controller gesteuert werden können. Wobei bei der z-Achse der Digital-Signalprozessor in Verbindung mit einem Regelkreis den Constant-Force-Modus

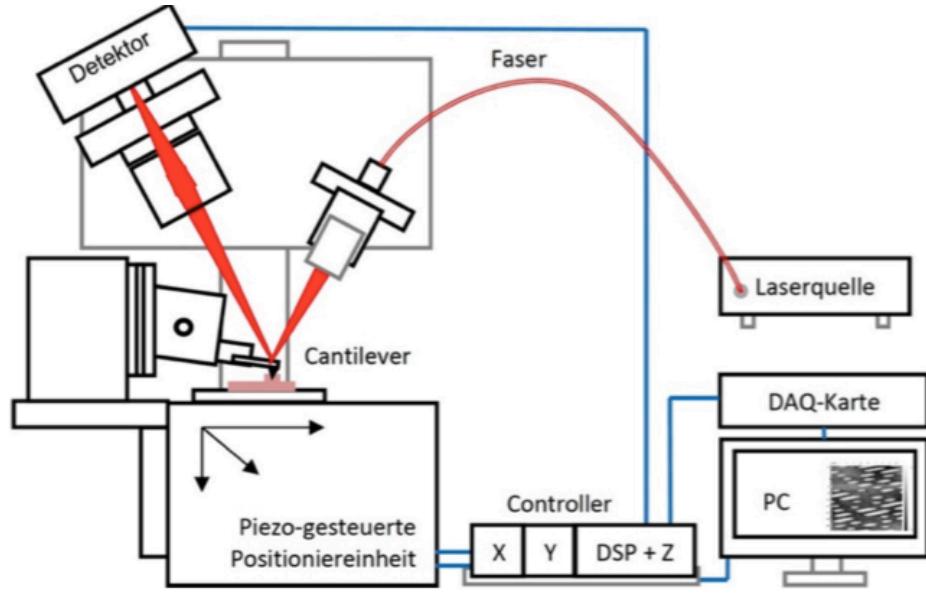


Abbildung 4: Schematischer Aufbau des verwendeten Rasterkraftmikroskops [3].

ermöglicht. Der Regelkreis beeinhaltet einen PID-Regler um die z-Position des Probentisches anzupassen. Die Werte des PID-Reglers müssen so eingestellt werden, dass eine zu langsame Nachregelung als auch ein Überschwingen des Probentisches verhindert wird.

Alle aufgenommenen Informationen werden dann an einen Computer weitergegeben, auf dem dann die Oberfläche visualisiert wird. Zur Veranschaulichung ist in Abbildung 5 der Versuchsaufbau noch einmal dargestellt. Abweichend zu dem schematischen Aufbau wird eine Kamera verwendet, die

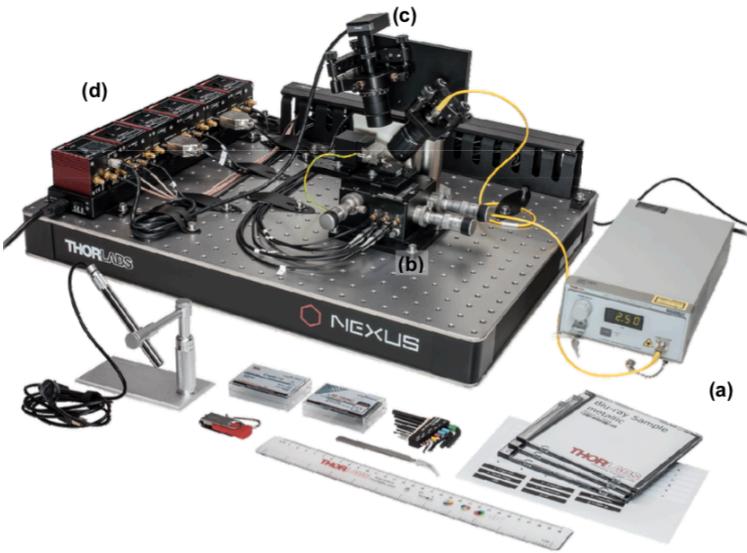


Abbildung 5: In diesem Versuch verwendeter Versuchsaufbau des Rasterkraftmikroskops [7].

dem Experimentierenden einen detaillierten Blick auf den Cantilever ermöglicht. Dies vereinfacht die Justage des Lasers, das manuelle Verstellen des Probentisches bis zum Erreichen des Kontakts und das Wechseln der Probe ohne Beschädigung der Messspitze.

4 Durchführung

Zuerst wird eine laterale Kalibrierung mithilfe einer Mikrostruktur durchgeführt. Bevor es zur Untersuchung der Proben kommt, muss jedoch die Ausrichtung des Lasers überprüft werden. Wenn dieser den reflektrierenden Teil des Cantilevers trifft, können die Messungen gestartet werden. Dazu wird eine Mikrostrukturprobe, die schematisch in Abbildung 6 dargestellt ist, in dem Rasterkraftmikroskop mittig auf dem Probentisch platziert.

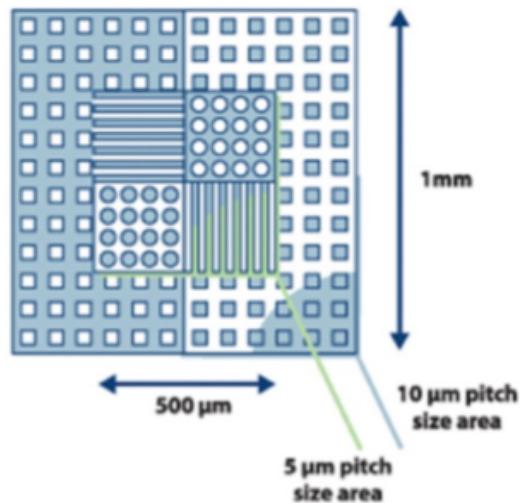


Abbildung 6: Mikrostrukturprobe mit den zu untersuchenden Kreis-, Quadrat- und Streifenstrukturen [3].

Dieser wird manuell so eingestellt, dass es zum Kontakt zwischen Probenoberfläche und Spitze kommt. Der Probentisch wird soweit an die Cantileverspitze herangefahren, bis die Spannung der z-Piezostufe einen Wert von 25 V anzeigt. Untersucht werden soll dabei mit einer Scangeschwindigkeit von 100 Pixel/s, den Scan-Parametern 250 x 250 Pixel und passenden PID-Werten. Die erste Struktur, die sowohl mit als auch ohne aktivierte Strain-Gauge-Nachregelung untersucht wird, ist eine Kreisstruktur. Daraufhin werden die Quadrat- und Streifenstruktur untersucht, hierbei ist die Strain-Gauge-Nachregelung aktiviert. Alle Aufnahmen werden im Constant-Force-Modus in einem Scanfenster von 20 x 20 μm aufgenommen.

Im nächsten Teil der Durchführung werden die Oberflächen von drei unterschiedlichen Speichermedien untersucht. Wie zuvor werden alle Bilder im Constant-Force-Modus aufgenommen, lediglich die Größe des Scanfensters wird variiert. Es werden quadratische Aufnahmen von der CD mit einer Seitenlänge von 10 x 10 μm, der DVD mit 5 x 5 μm und der Blu-ray mit 2 x 2 μm gemacht.

Der letzte Teil befasst sich mit den vorherrschenden Kräften zwischen Probenoberfläche und Messspitze. Bei dieser Messung wird die z-Nachregelung deaktiviert, nachdem zuvor ein Spannungswert von ca. 8 V eingestellt worden ist. Nachdem im Bedienungsmenü des Rasterkraftmikroskops auf Kraft-Abstandskurvenmessung gewechselt worden ist, kann die Aufnahme der Kurve der Siliziumprobe gestartet werden. Daraufhin wird der Vorgang mit einer Teflon- und Edelstahlprobe, sowie einer diamantähnlichen Kohlenstoffschicht wiederholt.

5 Auswertung

Die gesamte Auswertung wurde mit dem Programm **Gwyddion** durchgeführt. Die in **Gwyddion** gemessenen Abstände und Profile wurden mit **Python** ausgewertet.

5.1 Mikrostruktur

Die Kreis-, Quadrat- und die Streifenstruktur werden mithilfe des **Distance-Tool** vermessen. Dabei wird für die Kreisstruktur bei möglichst vielen Kreisen der Durchmesser und die Abstände zwischen den Kreisen bestimmt. Ähnlich wird bei der Streifenstruktur vorgegangen. Für die Quadratstruktur wird direkt der Strukturabstand, also der Abstand nach dem sich die Struktur eines Quadrates wiederholt, gemessen. Exemplarisch ist in Abbildung 7 die Vermessung der Kreisstruktur dargestellt.

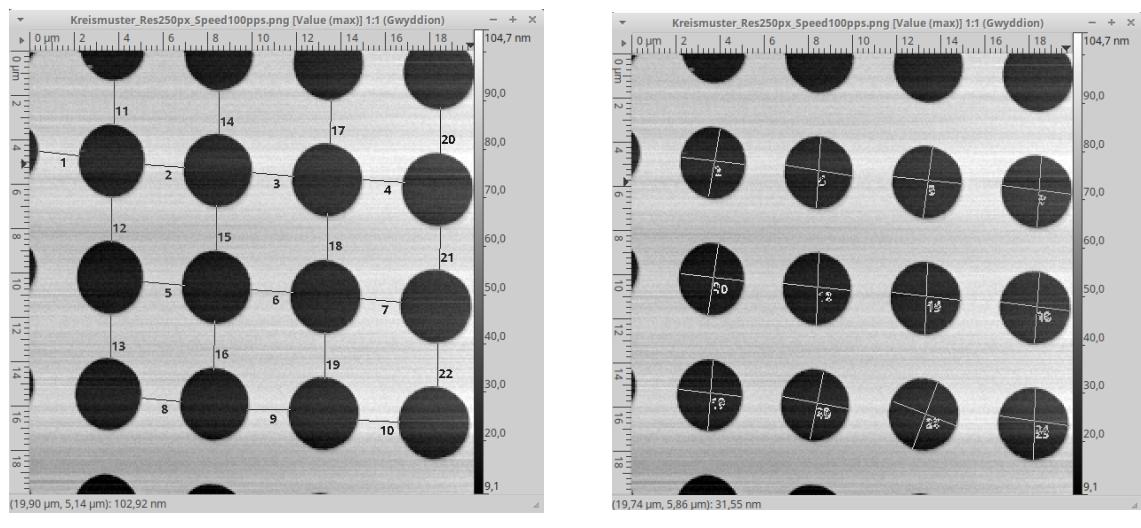
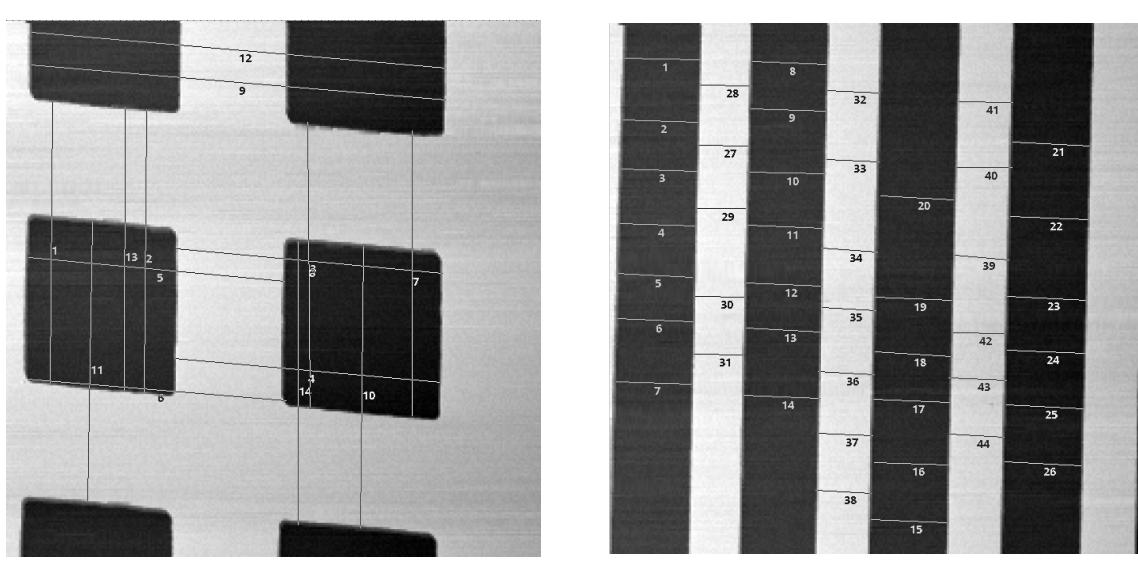


Abbildung 7: Vermessung der Kreisstruktur.

In Abbildung 8a und 8b sind die Aufnahmen inklusive Vermessungen für die anderen untersuchten Strukturen dargestellt. Für die Vermessungen wird für die jeweiligen Abstände der Mittelwert



bestimmt und bei den Streifen- und Kreisstrukturen aus der Summe der Mittelwerte, der Breite der Muster und dem Abstand der Muster der Strukturabstand errechnet. Da bei den Quadraten direkt der Strukturabstand gemessen wird, wird hier nur der Mittelwert der einzelnen Messungen bestimmt. Die Ergebnisse werden in Tabelle 1 mit den Werten des Datenblattes verglichen.

Tabelle 1: Verleich der mit Gwyddion ermittelten Maße mit den aus dem Datenblatt entnommenen Strukturabständen. Für die Kreis- und Streifenstruktur wird für viele Strukturen der Durchmesser und der Abstand zwischen den Strukturen gemessen (vgl. Abb.7). Der Strukturabstand ergibt sich somit aus der Summe dieser beiden Werte. Für die Quadratstruktur wird der Strukturabstand direkt gemessen.

	Kreisstruktur	Streifenstruktur	Quadratstruktur
Abstand / μm	$1,94 \pm 0,11$	$1,95 \pm 0,08$	—
Durchmesser / μm	$3,12 \pm 0,14$	$2,97 \pm 0,07$	—
Strukturabstand / μm	$5,07 \pm 0,18$	$4,92 \pm 0,11$	$10,1 \pm 0,5$
Strukturabstand Datenblatt / μm	5	5	10
Abweichung / %	1,38	1,62	0,9

5.2 CD, DVD und Blu-ray

Für die drei Speichermedien werden mit Gwyddion 3D-Aufnahmen erstellt. Vorher werden Glättungsfilter angewendet, um kleinere Artefakte auszugleichen.

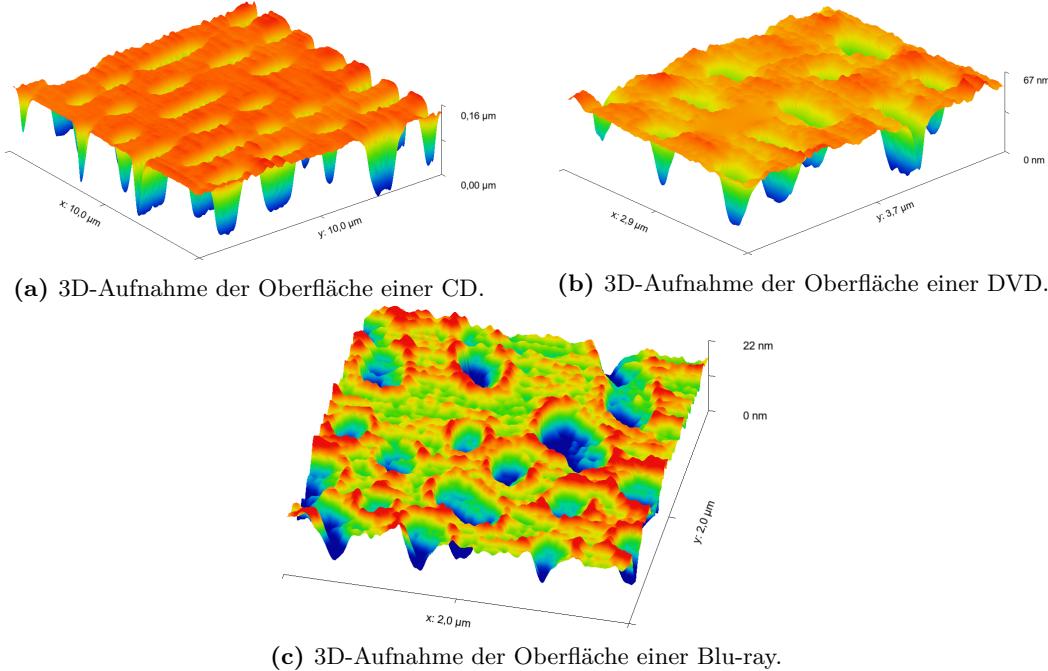


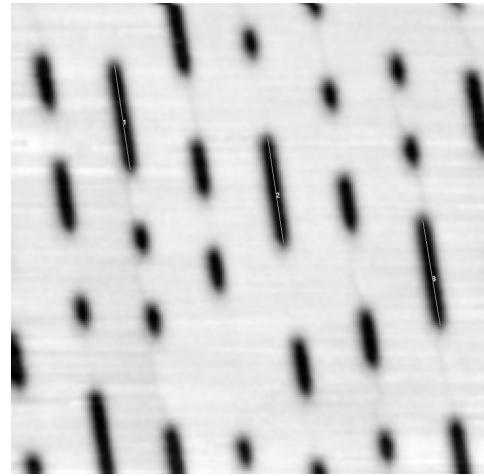
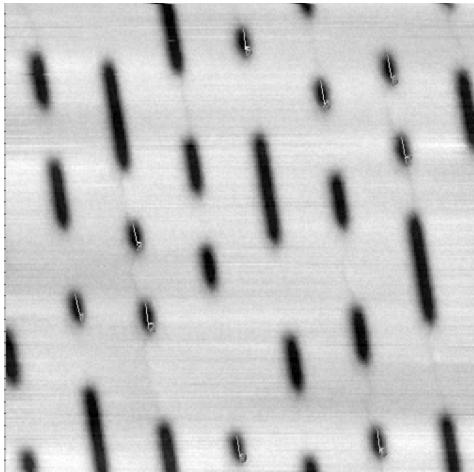
Abbildung 9: 3D-Aufnahmen der zu untersuchenden Oberflächen.

Für die Ausmessung der AFM-Bilder von CD, DVD und Blu-ray wird für die Ausmessung der Pitlängen und Pitbreiten sowie des Abstandes der Pitbahnen ebenfalls das *Distance-Tool* genutzt. Wie bei der Mikrostruktur in Kapitel 5.1 werden möglichst viele Pits vermessen und der Mittelwert gebildet. Bei der Messung der maximalen Pitlänge auf der Blu-ray kann lediglich ein Pit vermessen werden, weswegen es hier keinen Mittelwert gibt. Ebenso wird bei der Blu-ray auf die Bestimmung der Pittiefe verzichtet, da die Qualität der Aufnahme dafür zu gering ist (vlg. Abbildung 11d).

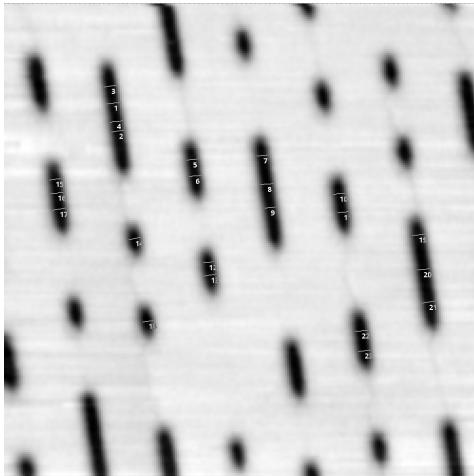
In Abbildung 10 ist die Vermessung der jeweiligen Strukturgrößen am Beispiel der CD dargestellt. Die schwarzen Streifen sind die in die CD gebrannten Pits. Die hellen Bereiche sind die unbehandelte CD-Oberfläche. Die CD wird gelesen, indem ein Laser die Oberfläche abfährt. An jeder Höhenänderung kommt es zu Interferenzeffekten und die Intensität des Lasers wird abgeschwächt. Diese Auslöscheffekte werden von einer Photodiode in ein Spannungssignal umgewandelt

Tabelle 2: Mittelwerte der Strukturgrößen für CD, DVD und Blu-ray.

	CD	DVD	Blu-ray
Breite / nm	272 ± 22	116 ± 15	63 ± 12
Abstand / nm	1480 ± 39	737 ± 23	380 ± 45
min. Pitlänge / nm	624 ± 51	288 ± 21	202 ± 23
max. Pitlänge / nm	2238 ± 7	910 ± 28	363
Pittiefe / nm	134 ± 1	52 ± 5	—

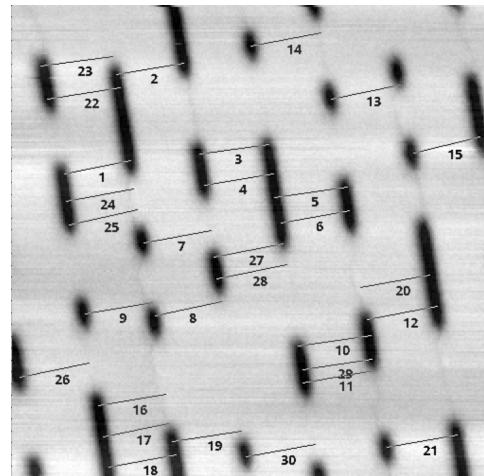


(a) Zur Bestimmung werden die kleinsten Pits ausgemessen. Die Messlinien sind als weiße Markierungen in den kleinsten Pits (schwarz) zu erkennen. Da bei dem Beschreiben einer CD jede Eins von zwei Nullen gefolgt werden muss ergibt sich somit die Bitfolge 1001 für einen solchen Pit.



(c) Für die Messung der Breite der Pits werden all die Pits ausgewertet, bei denen die Grenzen nicht zu sehr verschwommen sind. Hier wird die Breite von manchen Pits mehrmals ausgemessen, um eine Unsicherheit durch die Markierungssetzung per Mausklick zu reduzieren.

(b) Wie die kleinsten Pits werden auch die längsten Pits ausgemessen. Die Anzahl der langen Pits ist jedoch deutlich niedriger als die der kleinen Pits.



(d) Die Bestimmung des Abstandes der einzelnen Pitspuren ist von hoher Bedeutung für die Berechnung der Speicherkapazität der CD. Dementsprechend wurden sehr viele Pits von Mitte zu Mitte vermessen. Zusätzlich wurden auch Breiten von der Mitte eines Pits bis zu der gedachten Verbindungsgeraden zwischen zwei Pits auf der nächsten Pitspur gemessen (vgl. Messnr.7).

Abbildung 10: Vermessung der Pits einer CD.

Anhand der Daten aus Tabelle 2 kann auch die Speicherkapazität der CD berechnet werden. Für eine CD mit einem Außenradius von $r_a = 60\text{ mm}$ und einem Innenradius von $r_i = 20\text{ mm}$ ergibt sich eine Gesamtspeicherfläche von $97,89\text{ cm}^2$. Werden diese durch den Abstand der Pitbahnen geteilt, ergibt sich die Gesamtspeicherlänge. Unter Berücksichtigung, dass die kleinste Pitlänge einer Zahl von vier Bit entspricht und ein Byte als eine Folge von 17 Bit [8] auf die CD geschrieben wird, kann dann die Speicherkapazität bestimmt werden.

Tabelle 3: Berechnung der Speicherkapazität der CD. Die kleinste Pitlänge entspricht einer Anzahl von vier Bit. Ein Byte wird als eine Kombination von 17 Bit auf die CD geschrieben.

Speicherfläche / cm ²	Bahnabstand / nm	kleinste Pitlänge / nm	Byte / GB
97,89	1479 ± 39	624 ± 51	2,49 ± 0,21

Die Tiefe der Pits wird, wie in Abbildung 11a gezeigt, mit der Profilfunktion von **Gwyddion** bestimmt. In **Gwyddion** können Höhenprofile der Proben erstellt werden, die auch direkt über eine gewisse Breite gemittelt werden können. Da das AFM für die CD noch über eine sehr gute Auflösung verfügt, wird dort die Tiefe der Pits als Differenz der maximalen und minimalen z-Werte in den Profilkurven berechnet. Für die DVD wird genauso verfahren, da hier zwar die Auflösung deutlich schlechter ist, aber die Verschiebung von kleinstem und höchstem Wert gleichbleibt. Für die Blu-ray kann anhand der Profile keine Pittiefe bestimmt werden.

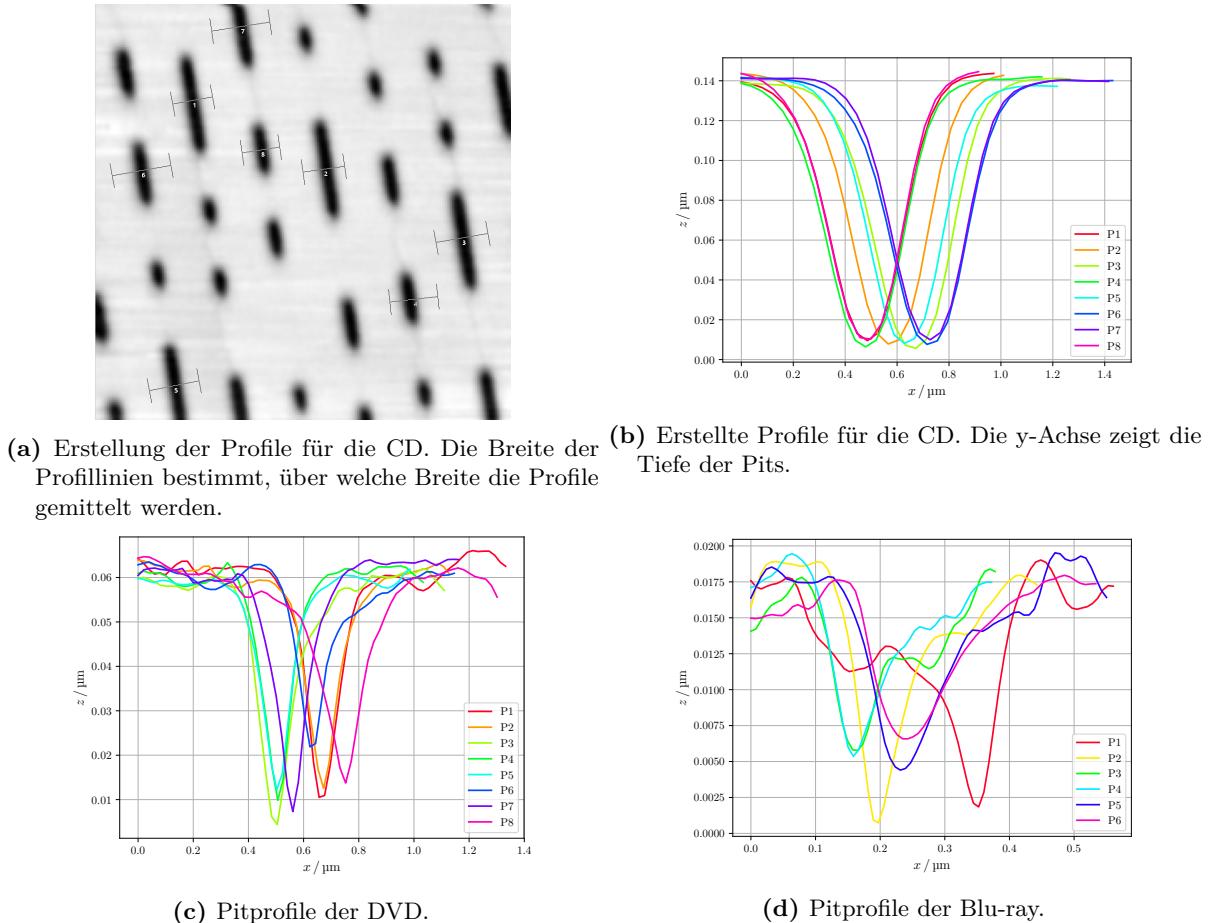


Abbildung 11: Für jede Probe wurden mit **Gwyddion** mehrere Profile aufgezeichnet. Bei der CD wurde ein Filter angewendet, weshalb die Profile dort Gaußkurven sind. Für die Blu-ray kann aus den erstellten Profilen keine aussagekräftige Pittiefe bestimmt werden. Generell ist die AFM-Aufnahme der Blu-ray sehr schlecht, sodass nichtmal eine genaue Ausrichtung der Pits erkennbar ist (vgl. Abbildung 9c).

5.3 Kraft-Abstandskurven

5.3.1 Adhäsionskraft

Die mit dem AFM aufgenommenen Kraft-Abstandskurven sind in Abbildung 12 dargestellt. In Abbildung 13 sind für das Beispiel der Silizium-Mikrostrukturprobe die Bereiche von Snap-in,

Pull-off, Ruhe- und Kontaktlage eingezeichnet.

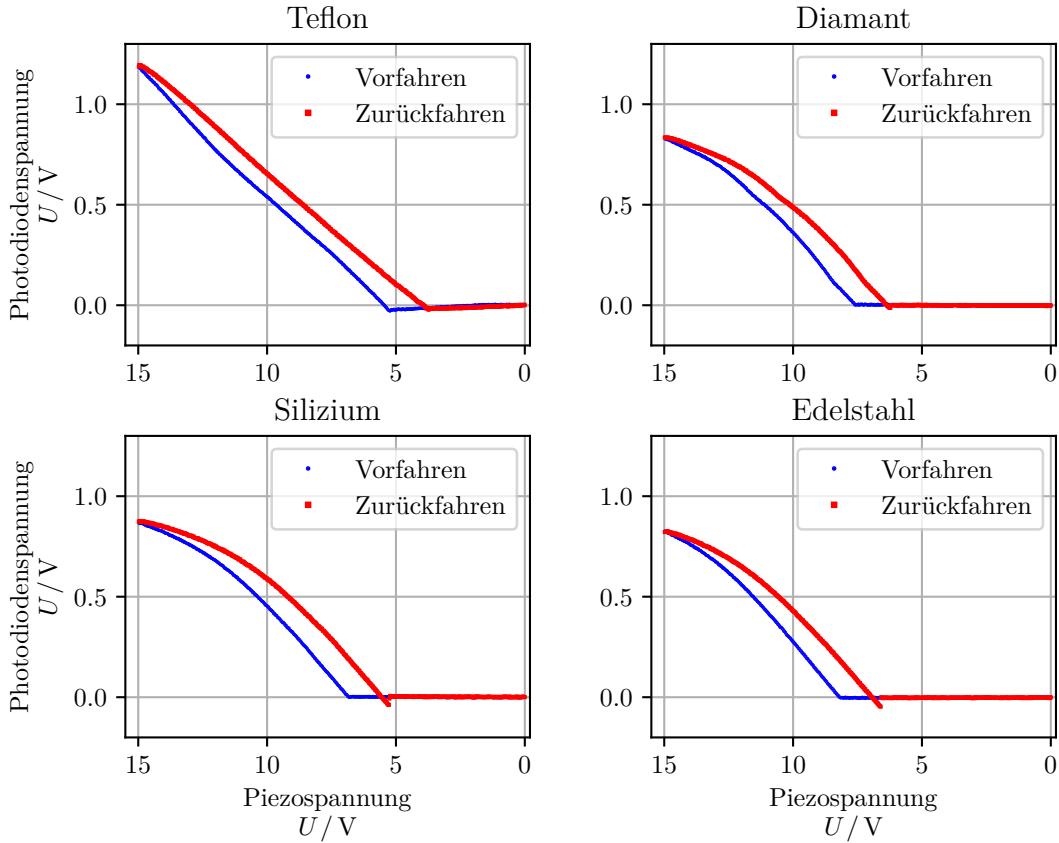


Abbildung 12: Die Kraft-Abstandskurven von allen verwendeten Proben.

Mit den aufgenommenen Kraft-Abstandskurven wird im Folgenden die Adhäsionskraft für die Mikrostrukturprobe, die Edelstahlprobe, die Teflonprobe und die diamantähnliche Kohlenstoffprobe bestimmt. Dafür wird der Höhenunterschied Δz des z-Piezoelements zwischen Snap-in und Pull-off mit

$$\Delta z = |z(\text{Snap-in}) - z(\text{Pull-off})|$$

bestimmt.

Nach dem Hookschen Gesetz

$$F_{\text{Adh.}} = \Delta z \cdot k_{\text{can.}}$$

kann die Adhäsionskraft bestimmt werden, $k_{\text{can.}}$ ist dabei die Federkonstante des Cantilevers und beträgt nach dem Datenblatt ca. 0,2 N/m. Die z-Piezoelemente sind bei einer Spannung von 75 V um 20 μm ausgelenkt. Es wird angenommen, dass die Auslenkung der Piezoelemente linear zur Spannung ist. Somit ergibt sich als Umrechnungsfaktor zwischen der Spannung des z-Piezoelements und der Auslenkung des Probentisches

$$1 \text{ m} \cong 3750000 \text{ V}.$$

Tabelle 4: Berechnung der Adhäsionskraft jeder Probe anhand der Kraft-Abstandskruven. Aus der Differenzspannung der z-Piezoelemente kann mit dem Umrechnungsfaktor und der Federkonstante $k = 0,2 \text{ N/m}$ des Cantilevers die Adhäsionskraft berechnet werden. Da nur eine grobe Abschätzung der Größenordnungen gesucht ist, entfallen mögliche Unsicherheiten, die durch die Messgenauigkeit des AFM und durch auswertungsbedingte Unsicherheiten entstehen.

Probe	$U(\text{Snap-in}) / \text{V}$	$U(\text{Pull-off}) / \text{V}$	$\Delta U / \text{V}$	$F_{\text{Adh.}} / \text{N}$
Silizium	6,863	5,269	1,594	$85,01 \cdot 10^{-9}$
DLC	7,631	6,244	1,387	$73,97 \cdot 10^{-9}$
Edelstahl	8,213	6,600	1,613	$86,03 \cdot 10^{-9}$
Teflon	5,231	3,731	1,499	$79,99 \cdot 10^{-9}$

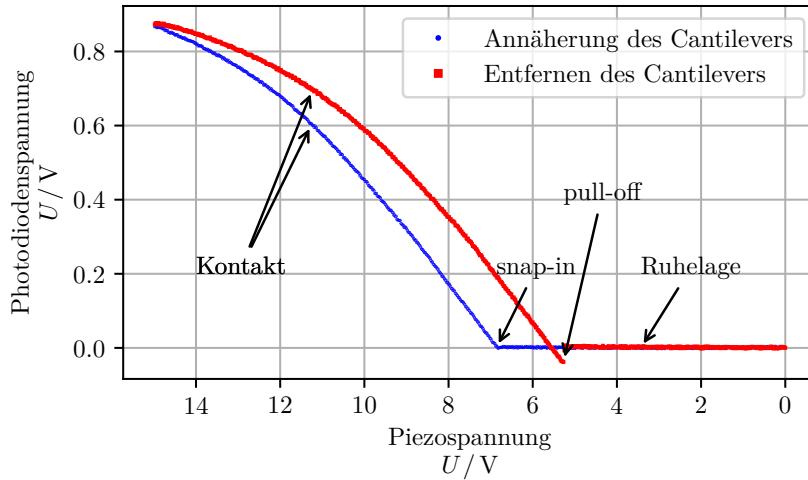


Abbildung 13: Kraft-Abstandskurve der Silizium-Mikrostrukturprobe. Der Probentisch wird mit steigender Spannung an den Cantilever herangefahren, somit drückt sich der Cantilever mit steigender Spannung gegen die Probe. blau: Annähern des Probentisches an die Probe. Auffällig ist hier, dass es keine anziehende Auslenkung des Cantilevers am Snap-in Punkt gibt. Die anziehenden Kräfte der Probe und des Cantilevers sind also nicht stark genug, um den Cantilever tatsächlich auszulenken. rot: Entfernen des Probentisches vom Cantilever, die Adhäsionskräfte sind hier stark genug, um eine negative Auslenkung des Cantilevers hervorzurufen, bis er am Pull-off Punkt wieder in seine Ruhelage zurückspringt. Aus dem Abstand zwischen Snap-in und Snap-out kann die Stärke der Adhäsionskraft abgeschätzt werden.

5.3.2 E-Modul von Teflon

Zur Abschätzung des E-Moduls von Teflon wird die Kraft-Abstandskurve von Teflon mit der von einer harten Probe verglichen. In diesem Fall wurde Edelstahl als Referenzprobe gewählt. Das E-Modul kann durch

$$E = \frac{k_{\text{can.}} \cdot d \cdot \pi \cdot (1 - \nu^2)}{2 \cdot \tan \alpha \cdot s^2}$$

bestimmt werden [9]. Durch α ist der Öffnungswinkel der pyramidenförmigen Cantileverspitze beschrieben, für den hier verwendeten Cantilever gilt $\alpha = 10^\circ$. Die Poissonzahl von Teflon wird als $\nu = 0,46$ angenommen [10]. Die Eindringtiefe d der Cantileverspitze in die Teflonprobe sowie die tatsächliche Auslenkung des Cantilevers s werden durch den Vergleich der Teflon- und der Edelstahlprobe bestimmt.

Tabelle 5: Die für die Teflon-Probe bestimmten Werte zur Berechnung des E-Moduls.

Verfahrweg z_p / μm	Eindringtiefe s / μm	E-Modul E / MPa
19,05	0,10	252

Dazu werden die Bereiche der Annäherungskurve der beiden Kraft-Abstandskurven im Snap-in übereinandergelegt und nach einem festen Verfahrweg z_p des Probentisches der Teflonkurve die Differenzspannung zwischen der Edelstahlprobe und der Teflonprobe bei gleicher Photodiodenspannung bestimmt. Aus der Differenzspannung kann direkt die Eindringtiefe s des Cantilevers bestimmt werden. Die tatsächliche Auslenkung des Cantilevers kann mit $d = z_p - s$ berechnet werden. In Abbildung 14 ist dieser Vorgang und in Tabelle 5 die damit gewonnenen Werte für z_p , s und das daraus berechnete E-Modul dargestellt.

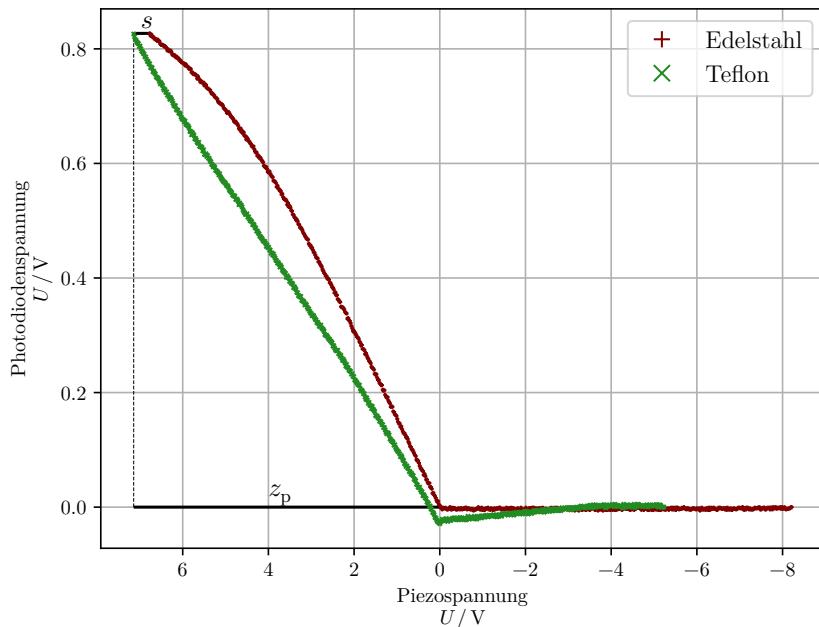


Abbildung 14: Annäherungskurven des Cantilevers an die Teflonprobe und die Edelstahlprobe. Eindringtiefe s bei einem Verfahrweg z_p ist der Abstand der Teflonkurve zur Edelstahlprobe bei maximaler Auslenkung des Cantilevers auf der Edelstahlprobe.

6 Diskussion

Die Untersuchung der Mikrostrukturprobe liefert Ergebnisse, die mit dem Datenblatt übereinstimmen. Eine direkte Vermessung des Strukturabstandes wie bei der Quadratstruktur ist dabei die genaueste Variante, besitzt allerdings eine recht hohe Abweichung vom Mittelwert. Da bei der Vermessung der CD, DVD und Blu-ray nach der CD der Cantilever gebrochen war, ist die Qualität der Messungen für die Blu-ray so schlecht, dass die Bahnsymmetrie nicht zu erkennen ist. Für die Berechnung der Strukturgrößen der Speichermedien liegen die gemessenen Größen alle unterhalb der Herstellerangaben. Ein Vergleich der in diesem Versuch berechneten und die vom Hersteller angegebenen Werte ist in Tabelle 6 zu sehen.

Tabelle 6: Vergleich der ermittelten Spurbreite und minimalen Pitlänge der Speichermedien mit Herstellerangaben. Vor allem bei der minimalen Pitlänge sind die Abweichungen sehr groß, was sich stark auf die Berechnung der Speicherkapazität auswirkt.

	CD [11]		DVD [11]		Blu-ray [12]	
	Spurbreite	min. Pitlänge	Spurbreite	min. Pitlänge	Spurbreite	min. Pitlänge
Exp. / nm	1479	624	736	287	380	201
Theo. / nm	1600	833	740	400	320	150
Abw. / %	8,2	25,1	0,5	28,3	18,8	34,0

Die berechnete Speicherkapazität der CD liegt deutlich über dem üblichen Speichermaximum für CDs, wie die Gegenüberstellung in Tabelle 7 verdeutlicht. Dies liegt neben den abweichenden Messwerten auch an der Bestimmung der min. Pitlänge. Beim Ausmessen der Pits wurde die Strecke zwischen zwei Höhenübergängen gemessen und als die Bitfolge 1001 angenommen. Da ein Bit aber über eine feste Länge verfügt wurde demnach nicht berücksichtigt, dass der letzte Bit nicht vollständig im Messbereich liegt. Neben dieser Vermutung muss auch berücksichtigt werden, dass beim Schreiben einer CD eine bestimmte Menge der Gesamtbitzahl für Fehlerkorrektur und Synchronisation genutzt werden. Pro $24 \text{ B} \cong 408 \text{ bit}$ werden dazu 180 bit verwendet [13]. Insgesamt befinden sich auf einer Anzahl von 588 physikalischer Bit also 24 Speicherbyte. Unter Berücksichtigung dieser Speichermethode enthält die hier vorliegende CD eine Gesamtspeicherkapazität von $(1,73 \pm 0,15) \text{ GB}$.

Tabelle 7: Abweichung der berechneten Speicherkapazität von der angegebenen maximalen Speicherkapazität einer CD.

Speicherkapazität exp. / MB	Speicherkapazität theo. / MB	Abweichung / %
1730	900	92

Wegen der schlechten Qualität wurde auf eine Berechnung der Pittiefe für die Blu-ray verzichtet. Damit es Interferenzeffekte zwischen Pits und Lands gibt, müssen die Pits eine Tiefe haben, die einem Viertel der Laserwellenlänge entspricht. Jedoch finden sich auch Literaturangaben, die weit unterhalb dieser Länge liegen (Pittiefe einer CD von 110 nm[14]). Außerdem wird die maximale Tiefe durch das vorherige Anwenden von Glättungsfiltern beschränkt. Ebenso wird angenommen, dass die Spitze des Cantilever aufgrund seiner Symmetrie, selbst bei vollem Eindringen in die Pits, nicht auf dem Grund des Pits aufliegt.

Tabelle 8: Vergleich der gemessenen Pittiefen mit einem Viertel der Wellenlänge des Ausleselasers.

	Pittiefe / nm	$\frac{\lambda}{4}$ / nm [11]	Abw. / %
CD	134 ± 1	195	45,5
DVD	52 ± 5	163	213

Die Kraft-Abstand-Kurven folgen einem typischen Verlauf, der Pull-off Bereich ist bei allen Proben gut zu erkennen. Eine negative Verbiegung des Cantilevers durch anziehende Kräfte vor dem Snap-in ist nur bei der Teflonprobe sichtbar.

Die Adhäsionskräfte liegen für alle Proben in der selben Größenordnung und weisen eine maximale Abweichung von etwa 12 nN voneinander auf. Zur Bestimmung des E-Moduls von Teflon wurde

Tabelle 9: Vergleich der maximalen Adhäsionskraft der Edelstahlprobe mit einem Literaturwert [9]

Probe	Adhäsionskraft _{exp.} / nN	Adhäsionskraft _{theo.} / nN	Abw. / %
Edelstahl	86,03	75	14,7

die Cantileverspitze als kegelförmig angenommen. Der Öffnungswinkel und die Federkonstante des Cantilevers sowie die Poissonzahl von Teflon wurden aus Literaturangaben gewonnen. Das berechnete E-Modul liegt in einer erwarteten Größenordnung [15]. Da die als Referenz verwendete Edelstahlprobe keinen linearen Kontaktbereich aufweist ist die Bestimmung des E-Moduls sehr ungenau. Die Eindringtiefe s des Cantilevers in die Teflonprobe wird zuerst größer und dann wieder kleiner für größer werdende Verfahrwege z_p . Als Messpunkt für die Eindringtiefe in die Teflonprobe wurde der maximale Verfahrweg der Edelstahlprobe gewählt.

Insgesamt ist das Rasterkraftmikroskop eine gute Variante zur Bestimmung von Topographien einer makroskopisch glatten Oberfläche sowie deren Materialeigenschaften. Eine Benutzung im Kontaktmodus führt allerdings eine schnelle Abnutzung des Cantilevers mit sich. Der in diesem Versuch nicht genutzte dynamische Modus verhindert diese Abnutzung. Es sei außerdem nicht zu empfehlen die Speichermedien mit Aceton reinigen zu wollen.

Literatur

- [1] Christian Hennesthal. *Herstellung porenuberspannender Lipidmembranen und deren Charakterisierung mittels Rasterkraftmikroskopie*. 2003.
- [2] John M. Bell. URL: https://www.researchgate.net/figure/Force-distance-curve-in-AFM_fig1_27477827 (besucht am 28.04.2019).
- [3] Jörg Debus. *Versuchsanleitung zum Versuch des Rasterkraftmikroskops*. 2019.
- [4] Karlsruher Institut für Technologie. *Rasterkraftmikroskopie*. URL: http://www.physik.kit.edu/Studium/Lehramt/AFM_SS_19.pdf (besucht am 22.05.2019).
- [5] G.Dietler B.Cappella. *Force-Distance curves by atomic force microscopy*. 1999.
- [6] E.Meyer. *Atomic Force Microscopy*. 1992.
- [7] Thorlabs. *Rastermikroskop Handbuch*. 2018.
- [8] ITWissen.info. *EFM (eight to fourteen modulation)*. URL: <https://www.itwissen.info/EFM-eight-to-fourteen-modulation-EFM-Code.html> (besucht am 12.07.2019).
- [9] *Rasterkraftmikroskop Handbuch*. THORLABS.
- [10] *Teflon PTFE, Properties Handbook*. DuPont.

- [11] AVS4YOU. URL: <https://onlinehelp.avs4you.com/de/avs-disc-creator/Introduction/DiscStructure.aspx> (besucht am 28.05.2019).
- [12] MK DiscPress GmbH. URL: <https://www.mkdiscpress.de/ratgeber/optische-speichermedien/> (besucht am 28.05.2019).
- [13] bognerpage. *Datenspeicherung auf einer Compact Disk*. URL: <http://www.bognerpage.at/Technik/cdrom/speicherung.htm> (besucht am 12.07.2019).
- [14] CompactDisc (CD) - Optische Aufzeichnungsverfahren. URL: <https://kompendium.infotip.de/compactdisc-cd.html> (besucht am 03.06.2019).
- [15] KERN. *Polytetrafluorethylen*. URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polytetrafluorethylen-ptfe?n=1601_1 (besucht am 12.07.2019).