

Rasterkraftmikroskop

Praktikum - Festkörperphysik

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

26. November 2020

TU Dortmund – Fakultät Physik

Inhaltsverzeichnis

1 Ziel	3
2 Theorie	3
2.1 Funktionsweise des Rasterkraftmikroskops	3
2.2 Wechselwirkung	5
2.3 Messmodi	6
2.4 Kraft-Abstand-Kurve	7
3 Durchführung	8
4 Auswertung	11
4.1 Messung der Topografie einer Mikrostruktur	11
4.2 Topographie einer CD, DVD und Blu-ray	13
4.3 Kraft-Abstandskurven	20
5 Diskussion	22
6 Anhang	24
Literatur	25

1 Ziel

Das Rasterkraftmikroskop wurde 1986 von Gerd Binning, Calvin Quate und Christoph Gerber [1] erfunden und erlaubt eine räumliche Auflösung in der Größenordnung von wenigen zehntel Pikometer. Die Auflösung ist damit mindestens genauso gut, wie die des von Christoph Gerber mitentwickelten Rastertunnelmikroskops mit dem großem 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 handelsüblichen Tisch verwendet werden kann. Anwendung findet das Rasterkraftmikroskop deshalb in sämtlichen Naturwissenschaften sowie in der Industrie. In diesem Versuch wird die Topografie einer Siliziumdioxid-Probe mit unterschiedlichen Mikrostrukturen, sowie verschiedene Speichermedien: CD, DVD und Blu-ray mittels des Rasterkraftmikroskops im 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 Hookeschen Gesetz $F = -k\Delta z$, mit der Federkonstante k und der Auslenkung Δz 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).

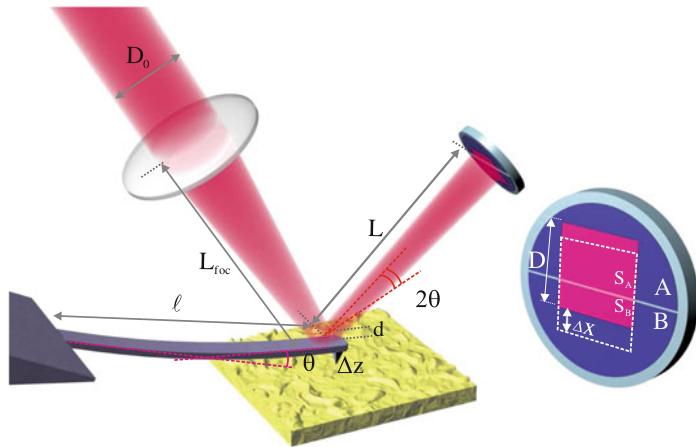


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Rasterkraftmikroskops. In gelb ist die Probe dargestellt. Von links ragt das Cantilever samt Messspitze auf die Probe. Rotes Laserlicht wird mittels einer Linse auf den Rücken des Cantilevers fokussiert und dort zur Photodiode reflektiert. Es handelt sich in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

An dem frei schwingenden 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

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

eine Federkonstante k in der Größenordnung von $\sim 10 \text{ N/m}$ [2, S. 157]. Ein harmonischer Oszillatator wird bekanntlich nur dann zu Schwingungen angeregt, wenn die Anregungsfrequenz ω_{ex} deutlich kleiner ist als die der Resonanzfrequenz ω_{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 ω_{rf} klein gehalten wird, sollte das Cantilever wenige μg wiegen. In Abbildung 2 sind vier verschiedene Verfahren dargestellt, die es erlauben, die Cantileverauslenkung Δz zu bestimmen. Neben dem im Abbildung 1 gezeigten Lichtzeigerprinzip 2a, gibt es das Interferometrieverfahren 2b, den piezoresistiven 2c und den piezoelektrischen Effekt 2d.

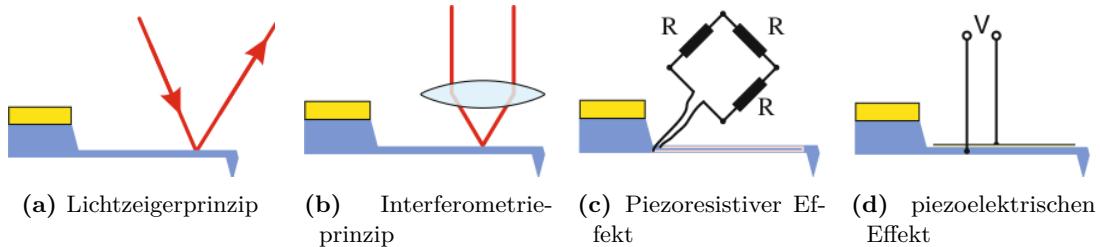


Abbildung 2: Vier verschiedene Verfahren zur Bestimmung der Cantileverauslenkung Δz [2].

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 kostengünstige piezoresistive Verfahren hat allerdings gegenüber anderen ein schlechteres Signal-zu-Rauschen-Verhältnis. Bei dem neuen Verfahren des piezoelektrischen Effekts aus Abbildung 2d besteht das Cantilever selbst 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 zu Schwingungen angeregt werden, was für dynamische Betriebsmodi von großem Interesse ist. Das Interferometrieverfahren und das Lichtzeigerprinzip aus Abbildung 2a und 2b benötigen einen reflektierenden Punkt auf dem Rücken des Cantilevers. Bei dem Interferometrieverfahren wird durch den

reflektierenden Strahl ein sensibles Interferometer erzeugt, wodurch die Cantileverauslenkung sehr genau bestimmt werden kann. Allerdings ist die Justage sehr kompliziert. Bei dem Lichtzeigerprinzip wird das reflektierende Laserlicht von einem Detektor aufgenommen. Besteht der Detektor aus zwei Photodioden, so lässt sich die Auslenkung Δz bestimmen (siehe Abbildung 1). Erfährt das Cantilever eine Auslenkung in vertikaler Richtung z , so ändert sich der Winkel θ des Strahlenganges und damit die x-Position des Laserpunktes auf dem Detektor. Die beiden Photosegmente registrieren nun wesentlich verschiedene Intensitäten, was auf die Auslenkung zurückgeführt werden kann. Besteht der Detektor aus vier Photodioden, können zusätzlich laterale Auslenkungen bestimmt werden. Analog zur vertikalen Verschiebung Δx , lässt sich die Verschiebung Δy , 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:

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

Dabei ist jene Intensität S_i mit $i \in 1, \dots, 4$ das Signal, welches die jeweiligen Photodioden registrieren. Da die ankommende Intensität fluktuiert, wird auf die gesamte Intensität $S_0 = \sum_{i=1}^4 S_i$ normiert. Im Detektor werden N Photonen pro Zeitintervall Δt registriert und erzeugen damit einen Strom. Mit diesem Ansatz hängt das Auflösungsvermögen [2, S. 165] für die vertikale Auslenkung Δz 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 λ , dem Durchmesser d des Laserstrahls beim Reflektieren (siehe Abbildung 1), 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. Vorallem 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 können. 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.

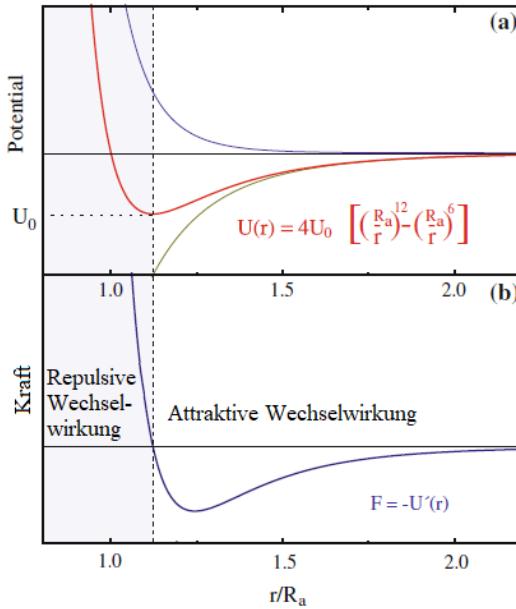


Abbildung 3: Annäherung der Wechselwirkung zwischen Messspitze und Probe durch das Lennard-Jones-Potential (a). In (b) ist die resultierende Kraft $\frac{\partial U_{LJ}}{\partial r}$ dargestellt [2, S. 148].

2.3 Messmodi

Zunächst werden die Messmodi in dynamische und statische Verfahren unterteilt. Bei der dynamischen Messmodi schwingt das Cantilever nahe der Resonanzfrequenz kontaktlos über die 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 Messmethode wird die Messspitze über die Probe gerastert und das Cantilever erfährt nach dem Hookeschen Gesetz eine Auslenkung. Die beiden gängigsten Messmodi sind der *Constant-Force*- und der *Constant-Height*-Modus. Bei dem *Constant-Force*-Modus wird die Auslenkung Δz , 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 ΔU transformiert, sodass mittels eines *Feedback-loops* bei zu schwacher/starker Auslenkung Δz die z-Position durch das z-Piezoelement des Cantilevers korrigiert werden kann. So lassen sich besonders harte Proben schnell abgescannen. Weiterhin erlaubt der *Constant-Force*-Modus weiche Proben unbeschädigt abzumessen. Ein Nachteil ist, dass die laterale Auflösung durch die 1-10 nm kleine Kontaktstelle begrenzt ist (siehe Abbildung 4).

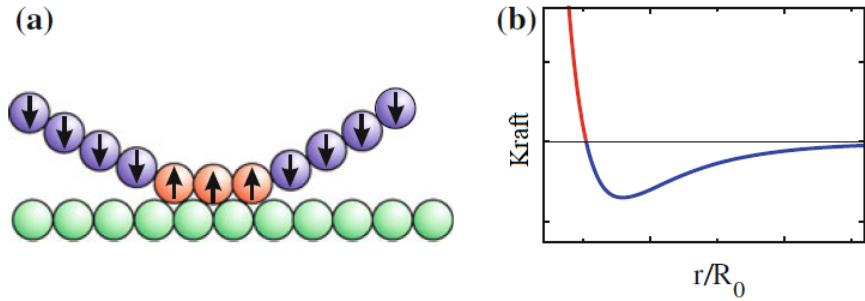


Abbildung 4: Schematische Darstellung des *Constant-Force*-Modus bezüglich der wirkenden Kräfte zwischen Messspitze und Probe [2, S. 179].

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 weitreichenden Kräften Anwendung. Beide statischen Modi sind nur für relativ ebene Proben geeignet, denn bei starken Änderungen in der Topografie kommt es zu Artefakten.

2.4 Kraft-Abstand-Kurve

Neben topografischen Karten lässt sich auch mittels der Kraft-Abstand-Kurve der Elastizitätsmodul ϵ einer Probe bestimmen. In Abbildung 5 ist eine ideale Kraft-Abstand-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-Abstand-Kurve aufgrund der starken attraktiven Adhäsionskraft linear bis zum Punkt (f) ab. Im Punkt (f) kommt es schließlich zum *snap-out-contact*. In der oberen rechten Ecke der Abbildung 5 sind die einzelnen Punkte (a), (c), (d) und (f) nochmal im Lennard-Jones-Kraft-Diagramm dargestellt.

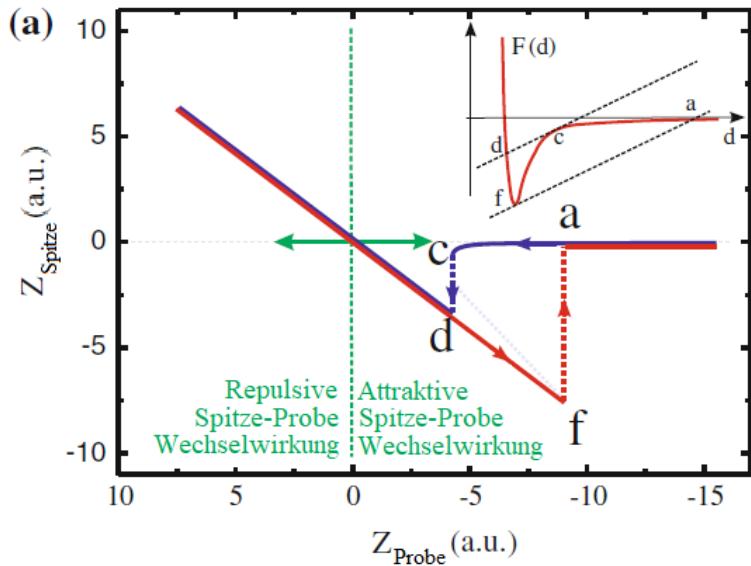


Abbildung 5: Ideale Kraft-Abstand-Kurve, wobei rot die annähernde und blau die entfernende Messspitze darstellt. (a) Messspitze noch nicht mit der Probe in Kontakt. (c) Die Messspitze ist genügend nah an der Oberfläche und es kommt zum *snap-to-contact*. (d) Repulsive Kraft, bedingt durch das Pauli-Prinzip.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

3 Durchführung

In der folgenden Abbildung 6 ist der Aufbau zunächst schematisch dargestellt. Der Cantilever-Arm ist auf die Probe gerichtet und seine Auslenkung wird mittels eines Lasers (635 nm) ermittelt. Der am Cantilever-Rücken reflektierte Laserstrahl wird von einem Viersegment-Photodetektor registriert, sodass die Auslenkung anhand der registrierten Intensität bestimmt werden kann (siehe Unterkapitel 2.1). Der Detektorstrom wird an einen PC weitergegeben und dort ausgewertet. Unterschiedliche Verfahren erlauben es, die Probe abzurastern. In diesem Versuch ist die Cantilever-Apparatur fest montiert. Hingegen wird die Probe mittels piezo-elektrischen Elementen in alle drei Raumrichtungen bewegt. Zur Ansteuerung dienen jeweils drei Piezo-Controller. Im Folgendem wird der piezo-elektrische Effekt genauer erklärt.

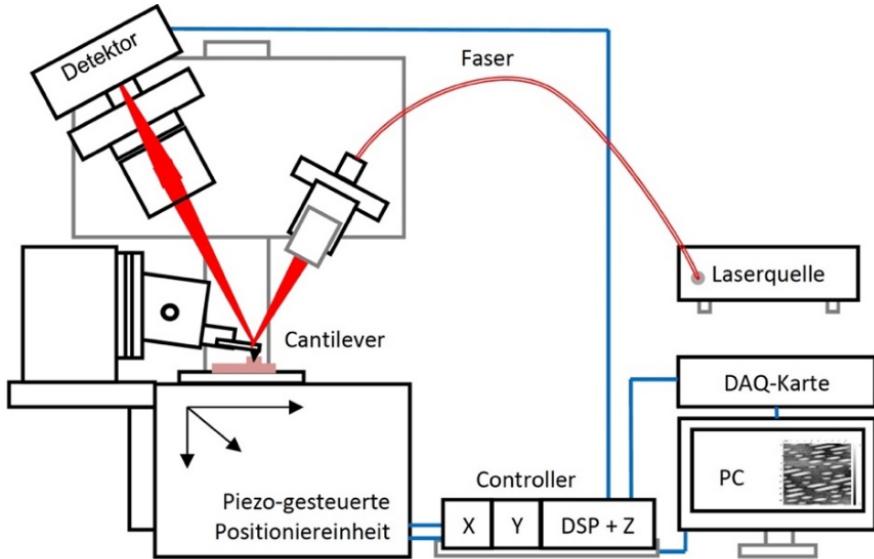


Abbildung 6: Schematische Darstellung des Versuchsaufbaus [3, S. 2].

Der piezo-elektrische Effekt tritt nur bei Kristallen wie Silizium auf, da diese kein Inversionszentrum aufweisen. Nur dann heben sich die Oberflächenladungen in der Polarisationsrichtung nicht mehr auf, sodass sich in Anwesenheit eines externen E-Feldes der Kristall ausdehnt/zusammenzieht. Verantwortlich für die Kristallvolumenänderung ist ein intrinsischer Effekt, welcher allerdings stets von einem unerwünschten extrinsischen Effekt begleitet wird. Der intrinsische Effekt verschiebt dabei die Kristall-Ionen bei Anwesenheit eines externen E-Feldes, sodass sich dies makroskopisch als Kristallvolumenänderung bemerkbar macht. Dieser Effekt ist annähernd linear und zeigt keine Hysterese. Der extrinsische Effekt ist für die Neuorientierung der ferroelektrischen Domänen verantwortlich und unterliegt damit der Hysterese. Angenommen die Dipolmomente haben sechs Orientierungsmöglichkeiten und der Kristall damit sechs unterschiedliche Typen von Domänen. Wird das E-Feld nun in die Polarisationsrichtung angelegt, können sich die Dipolmomente, nach Überwindung einer Energiebarriere, (anti-)parallel zum E-Feld ausrichten. Vier der Domänen schrumpfen, während die zwei übrigen Domänen größer werden. Wie lange es dauert, bis sich die Dipolmomente entlang des E-Feldes ausrichten und der Kristall sich damit ausdehnt/zusammenzieht, hängt also von seiner Vorgeschichte ab. Zusammengefasst hängt die Antwort des Kristall-Systems von seinem inneren Zustand ab. Dieses Verhalten ist in Abbildung 7 der Einfachheit halber für zwei Orientierungen dargestellt. Am Punkt 1 ist das E-Feld stark genug, sodass alle Dipolmomente parallel ausgerichtet sind. Wird das E-Feld abgeschaltet, so richten sich einige Dipolmomente antiparallel aus. Dennoch überwiegen die parallel ausgerichteten Dipolorientierungen. Zwischen diesen beiden Punkten überwiegt der erwünschte intrinsische Effekt. Nun wird das E-Feld in umgekehrter Richtung eingeschaltet und die Netto-Polarisation wird am Punkt 3 gleich Null. Mit stärker werdendem E-Feld richten sich am Punkt 4 alle Dipolmomente antiparallel aus. Am Punkt 5 ist das E-Feld wieder abgeschaltet und die

Minderheit der Dipolmomente hat sich wieder in paralleler Richtung orientiert. Zuletzt wird das E-Feld ein weiteres Mal umgekehrt und es ergibt sich bei Punkt 6 wieder eine Netto-Polarisation von Null. Im Verlauf von Punkt 3 nach 6 haben sich die Domänen vollständig neu orientiert, sodass der unerwünschte extrinsische Effekt teilweise dominiert hat. Um Hysterese zu vermeiden, sollte das piezo-elektrische Element zwischen den Punkten 1-2 betrieben werden. Zusätzlich kommen Dehnungssensoren, die sogenannten *Strain Gauges*, zum Einsatz, welche diesem Problem entgegenwirken.

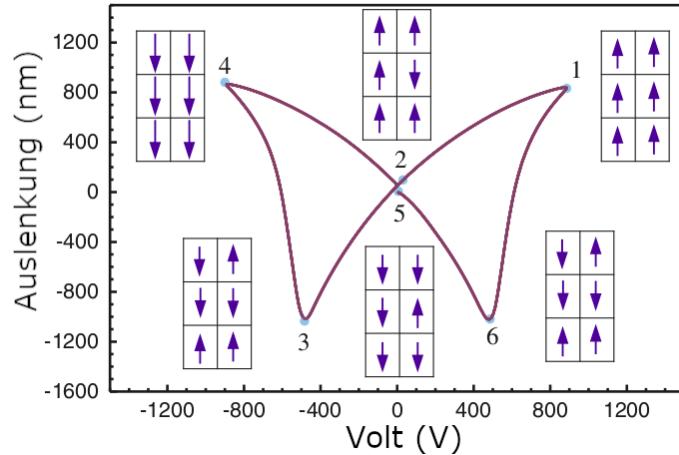


Abbildung 7: Schematische Darstellung des schmetterlingsförmigen Verhaltens der ferroelektrischen Domänen eines piezo-elektrischen Elements. Im Bereich zwischen den Punkten 1 und 2 überwiegt der intrinsische Effekt. In den darauffolgenden Punkten dominiert der extrinsische Effekt teilweise. Das piezo-elektrische Element sollte damit nur in dem Bereich zwischen den Punkten 1 und 2 arbeiten [2, S. 47].

In diesem Versuch wird ausschließlich im *Constant-Force*-Modus gemessen. Um die Kraft bzw. die Auslenkung konstant halten zu können, wird dem Piezo-Controller in z-Richtung ein digitaler Signalprozessor (DSP) vorgeschaltet. Dieser verarbeitet die über die Viersegment-Photodiode registrierte Auslenkung und gibt dem Piezo-Controller ein Feedback-Signal wieder. Die z-Position der Probe wird dann mittels der Photodioden-Controller&Auto-Aligner so nachgeregelt, dass die Auslenkung konstant bleibt.

Um die Topografie einer Probe untersuchen zu können, wird die Messspitze mit Hilfe einer Kamera auf die Probe geführt. Sobald Messspitze und Probe in Kontakt stehen, kann eine z-Piezospansnung gemessen werden. Der optimale Messbereich liegt zwischen 0-50 V, sodass die Höhe der Messspitze auf eine z-Piezospansnung von 25 V eingestellt wird. Zunächst wird eine Siliziumdioxid-Mikrostrukturprobe (siehe Abbildung 8) untersucht.

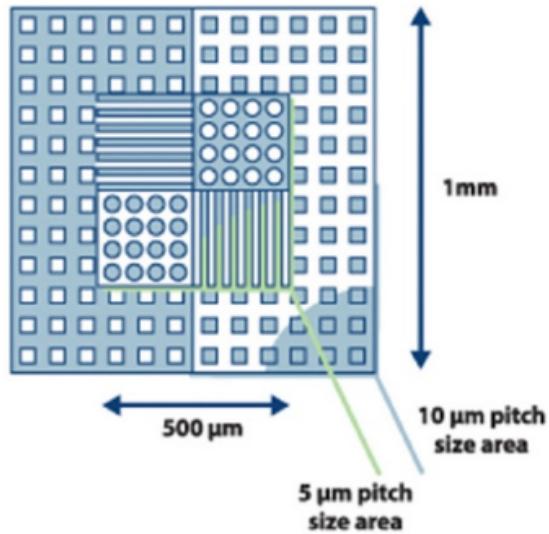


Abbildung 8: Schematische Darstellung der Mikrostrukturprobe. Dabei handelt es sich um einen Silizium-Sockel mit 100 nm dicken Siliziumdioxid-Schichten, welche die Mikrostrukturen bilden [3, S. 4].

Dann wird die Topografie unterschiedlicher Speichermedien (CD, DVD, Blu-ray) untersucht und daraus die maximale Speicherkapazität der CD bestimmt. Die bei der Topografie-Messung verwendeten Einstellungen sind in Tabelle 1 ersichtlich.

Tabelle 1: Einstellungen zu den Topografie-Messungen

Probe	Scanfenster μm ²	Scanparameter Pixel ²	Scangeschwindigkeit Pixel/s
Mikrostruktur	20x20	250x250	100
CD	10x10	250x250	100
DVD	5x5	250x250	100
Blu-ray	2x2	250x250	50

Abschließend wird die z-Nachreglung deaktiviert und eine z-Piezospannung von 8 V eingestellt, um eine Kraft-Abstandskurve von Edelstahl, Teflon und einer TiN-Schicht aufzunehmen.

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 $(20 \times 20) \mu\text{m}^2$ große Fläche

vermessen. In den Abbildungen 9 bis 11 sind diese Bilder zu sehen. Abgebildet sind nicht nur die AFM-Aufnahmen, sondern auch die Strecken, welche vermessen wurden.

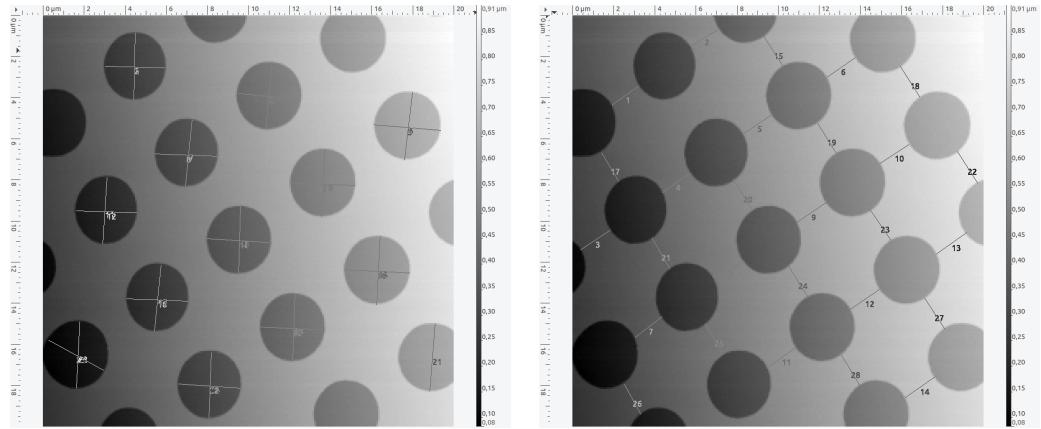


Abbildung 9: Vermessung der Kreisstruktur auf der Mikrostrukturprobe. Aufgenommen wurde eine Fläche der Größe von $(20 \times 20) \mu\text{m}^2$. Zur Vermessung der jeweiligen Strecken wurde das 'distance and direction-Tool' des Auswertungsprogramm Gwyddion verwendet.

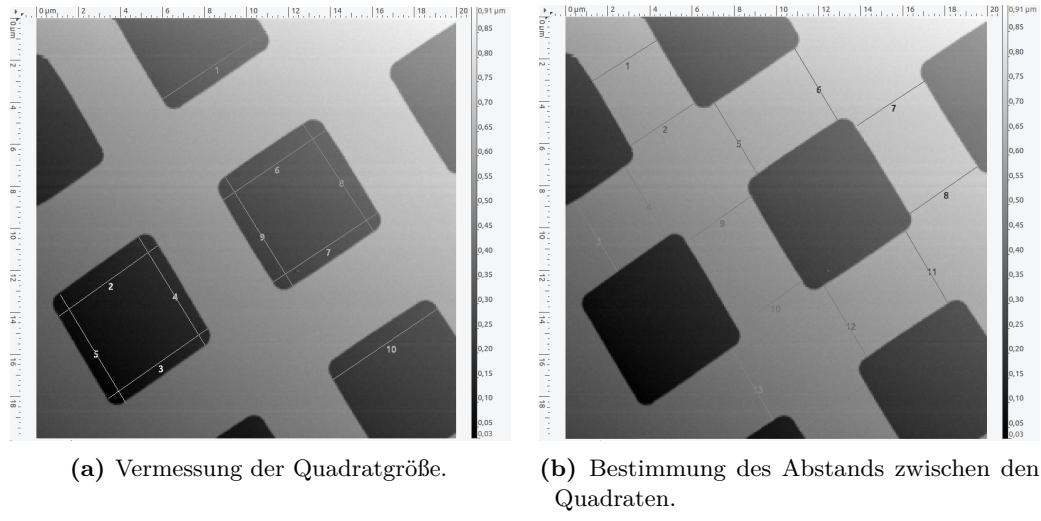
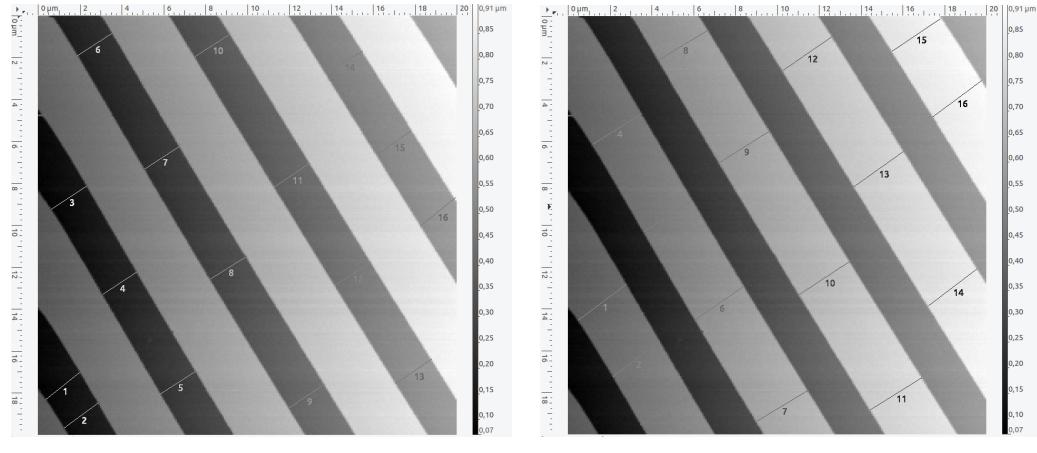


Abbildung 10: Vermessung der Quadratstruktur auf der Mikrostrukturprobe. Aufgenommen wurde eine Fläche der Größe von $(20 \times 20) \mu\text{m}^2$. Zur Vermessung der jeweiligen Strecken wurde das 'distance and direction-Tool' des Auswertungsprogramm Gwyddion verwendet.



(a) Vermessung der Streifenbreite.
 (b) Vermessung des Abstands zwischen zwei Streifen.

Abbildung 11: Vermessung der Streifen auf der Mikrostrukturprobe. Aufgenommen wurde eine Fläche der Größe von $(20 \times 20) \mu\text{m}^2$. Zur Vermessung der jeweiligen Strecken wurde das 'distance and direction-Tool' des Auswertungsprogramm Gwyddion verwendet.

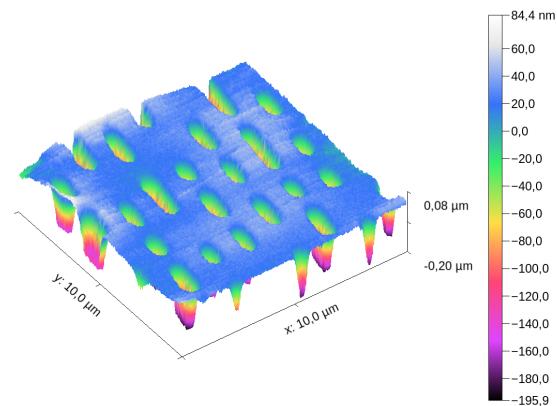
Die vermessenen Strecken sind in den einzelnen Bildern mit Nummern versehen und wurden mit Hilfe des Auswertungsprogramm Gwyddion erstellt. In Tabelle 2 sind die Mittelwerte der aufgenommenen Werte aufgelistet. Die experimentell bestimmten Daten werden mit den Strukturabständen aus dem Datenblatt [3] verglichen. Diese sind, genau wie die zugehörigen Abweichungen, auch in Tabelle 2 festgehalten.

Tabelle 2: 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.

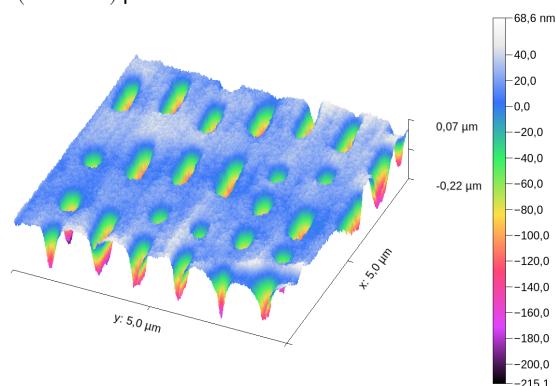
	Kreis	Quadrat	Streifen
Größe / μm	$3,18 \pm 0,10$	$5,96 \pm 0,12$	$2,04 \pm 0,04$
Abstand / μm	$1,69 \pm 0,05$	$3,84 \pm 0,09$	$2,83 \pm 0,06$
Strukturabstand / μm	$4,87 \pm 0,11$	$9,80 \pm 0,15$	$4,87 \pm 0,07$
Strukturabstand theo. / μm	5	10	5
Abweichung / %	2,7	2,03	2,62

4.2 Topographie einer CD, DVD und Blu-ray

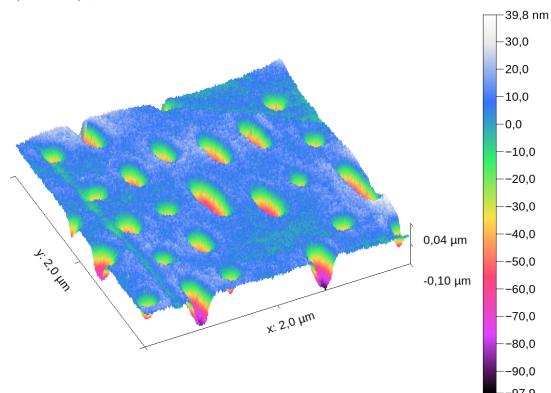
Im zweiten Teil des Versuches wird die Oberfläche von drei unterschiedlichen Speichermedien, eine CD, eine DVD und eine Blu-ray, mit dem AFM untersucht. Bevor die aufgenommenen Bilder und Daten mit Gwyddion ausgewertet werden, werden die Bilder geglättet. Hierfür werden Bearbeitungstools von Gwyddion verwendet, welche den Hintergrund entfernen und einzelne Zeilen mit verschiedenen Methoden ausrichten. In Abbildung 12 sind die bearbeiteten 3D-AFM-Bilder der drei unterschiedliche Speichermedien zu sehen.



(a) 3D-AFM-Bild der CD-Oberfläche der Größe $(10 \times 10) \mu\text{m}^2$.



(b) 3D-AFM-Bild der DVD-Oberfläche der Größe $(5 \times 5) \mu\text{m}^2$.



(c) 3D-AFM-Bild der Blu-ray-Oberfläche der Größe $(2 \times 2) \mu\text{m}^2$.

Abbildung 12: Dargestellt sind hier in 3D die bearbeiteten AFM-Aufnahmen der drei zu untersuchenden Speichermedien.

Um die Speicherkapazität der einzelnen Medien abschätzen zu können, werden Größe

und Abstände der Pits gemessen. Dazu werden Pitbreite, minimale und maximale Länge der Pits sowie der Abstand zwischen zwei Pitspuren mit Hilfe von Gwyddion bestimmt. In den Abbildung 13 bis 16 sind beispielhaft für die CD die AFM-Bilder hierzu abgebildet. Die entsprechenden Aufnahmen der DVD und Blu-ray sind im Anhang zu finden (Abbildungen 23 und 24). Die schwarzen unterschiedlich langen Streifen in den Bildern sind die Pits. Bei allen Messungen der CD sowie DVD und Blu-ray werden

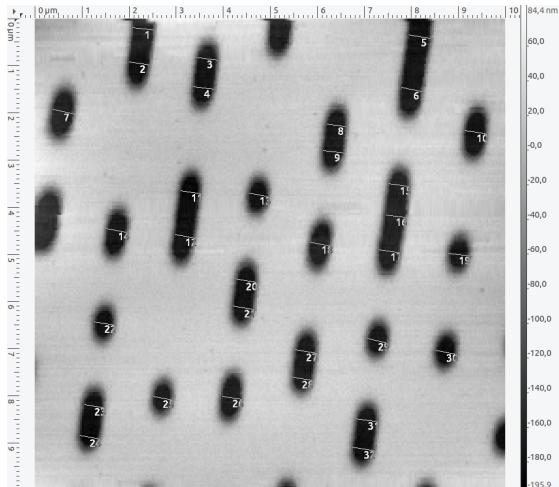


Abbildung 13: Um einen möglichst aussagekräftigen Werte der Pitbreite zu bestimmen, wird bei vielen Pits die Breite auch mehrfach vermessen und Pits, bei denen der Rand unscharf wird, werden nicht berücksichtigt.

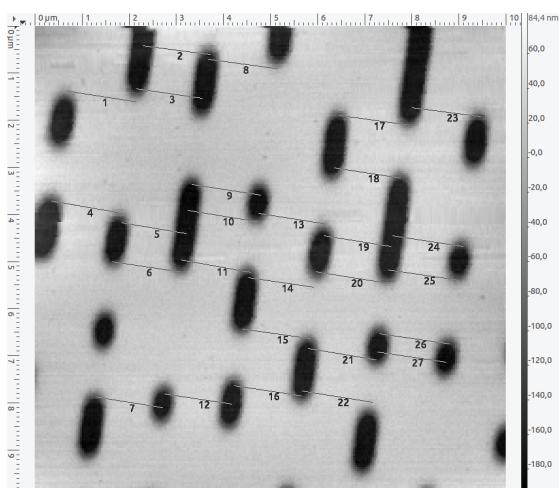


Abbildung 14: Der Abstand zwischen den Pitspuren wird auch an so vielen Stellen wie möglich gemessen, um ein gutes Messergebnis zu erzielen, da dieser Wert für die Abschätzung der Speichergröße wichtig wird.

möglichst viele Pits vermessen. Pits mit unklarem Rand werden dabei außen vor gelassen. Ähnliches gilt auch bei der Bestimmung der Pittiefen.

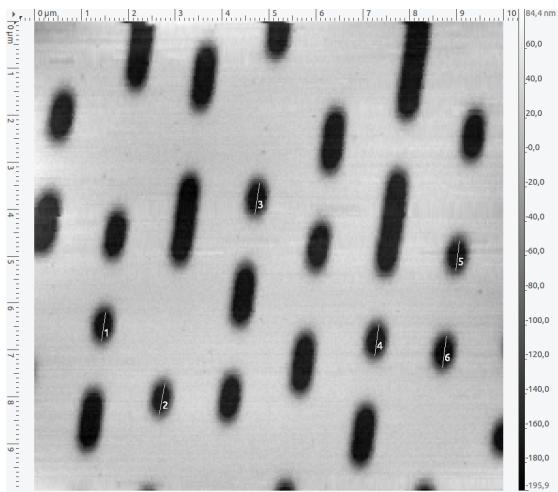


Abbildung 15: Die minimale Pitlänge kann hier von sechs, schon fast ovalförmigen, Pits bestimmt werden.

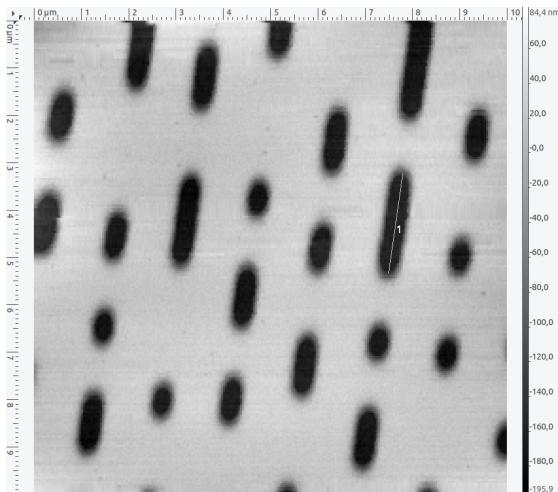


Abbildung 16: Die maximale Pitlänge kann hier nur von einem einzigen Pit bestimmt werden.

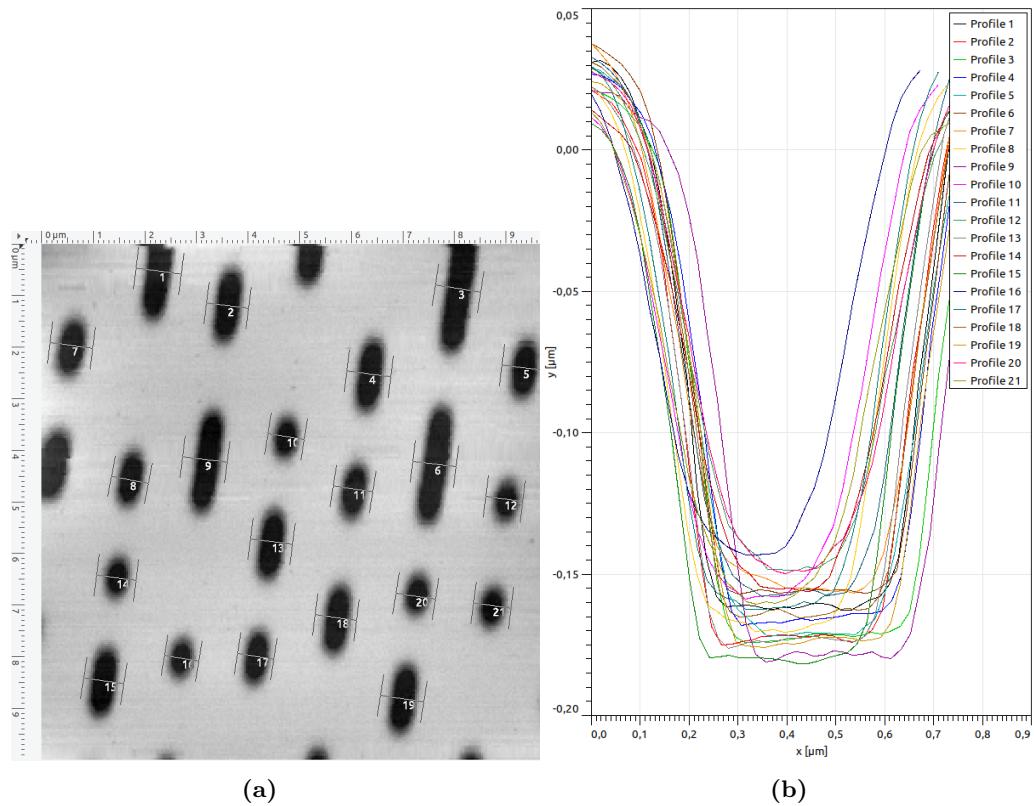


Abbildung 17: Ermittlung der Pittiefen der untersuchten CD. In (a) ist die AFM-Aufnahme mit den markierten und nummerierten Bereichen zu sehen, welche für die Bestimmung der Pittiefen ausgewertet wurden. In (b) sind zu den nummerierten Bereichen die passenden Profil-Kurven gezeigt.

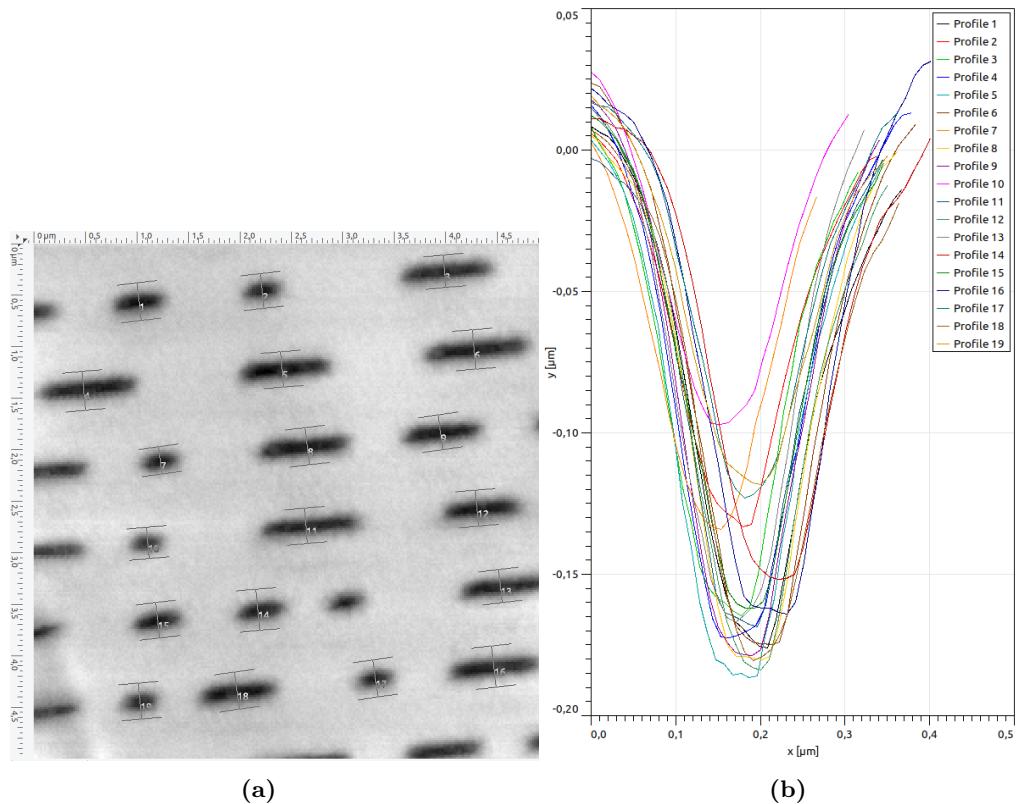


Abbildung 18: Ermittlung der Pittiefen der untersuchten DVD. Wie schon in Abbildung 17 ist in (a) die AFM-Aufnahme mit den markierten und nummerierten Bereichen zu sehen, welche für die Bestimmung der Pittiefen ausgewertet wurden. In (b) sind passend zu den nummerierten Bereichen die Profil-Kurven gezeigt.

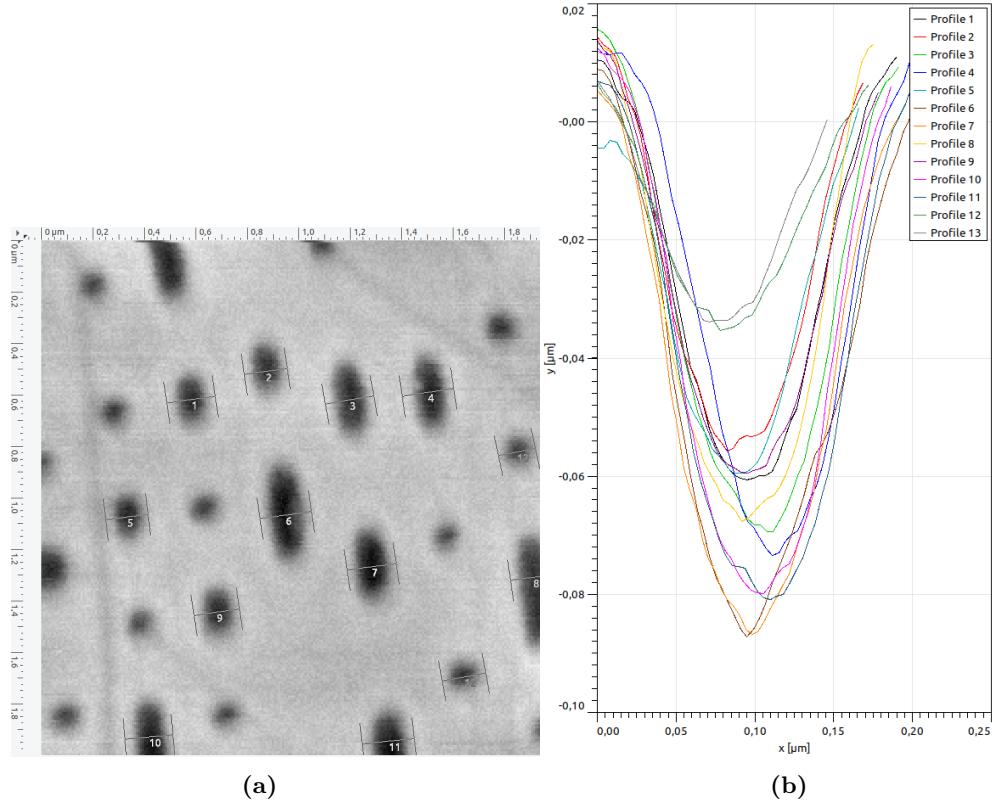


Abbildung 19: In (a) ist die AFM-Aufnahme der Bluray-Oberfläche mit den markierten und nummerierten Bereichen zu sehen, welche für die Ermittlung der Pittiefen ausgemessen werden. Und in (b) sind zu den nummerierten Bereichen die passenden Profil-Kurven gezeigt.

In der folgenden Tabelle 3 sind alle berechneten Messwerte der untersuchten Speichermedien festgehalten. Da bei der DVD und der Blu-ray jeweils nur bei einem Pit die maximale Pitlänge bestimmt wurde, gibt es hier keinen Mittelwert. Die Pittiefen der einzelnen Speichermedien wurden aus den Grafiken in den Abbildungen 17b, 18b und 19b abgeschätzt. Zum Abschluss wird die Speicherkapazität einer CD anhand der gemes-

Tabelle 3: Ermittelte Messwerte der Speichermedien.

	CD	DVD	Blueray
Pitabstand / μm	$1,46 \pm 0,03$	$0,78 \pm 0,01$	$0,31 \pm 0,01$
Pitbreite / μm	$0,45 \pm 0,02$	$0,15 \pm 0,01$	$0,10 \pm 0,01$
Minimale Pitlänge / μm	$0,66 \pm 0,03$	$0,30 \pm 0,02$	$0,10 \pm 0,01$
Maximale Pitlänge / μm	2,13	$0,86 \pm 0,02$	0,44
Pittiefe / μm	0,16	0,17	0,07

senen Daten abgeschätzt. Ausgehend von einer CD mit Innenradius $r_i = 2,25 \text{ cm}$ und

Außenradius $r_a = 5,9$ cm, ergibt sich eine verfügbare Speicherfläche von:

$$\text{Speicherfläche: } A = \pi \cdot (r_a^2 - r_i^2) = 0,0093455 \text{ m}^2$$

Da die Daten auf einer CD spiralförmig gespeichert werden, muss nun durch den ermittelten Pitabstand dividiert werden, um die Gesamtspurlänge zu ermitteln. So ergibt sich folglich:

$$\text{Spurlänge} = 6405,38 \text{ m}$$

Die minimale Pitlänge entspricht einer Bit-Folge von "1001". So kann von der Spurlänge auf die maximale Anzahl an Bit geschlossen werden, die auf eine CD passen. Nach der Eight-to-Fourteen-Methode ergeben 17 Bit zusammen einen Byte. Es passen demnach maximal 2,298 GB auf die untersuchte CD. Zu beachten ist jedoch, dass von den 17 Bit nur 8 Bit zum Speichern von Daten dienen. Die restlichen Bit dienen lediglich zum Trennen der Bits und besseren Auslesen der gespeicherten Daten. So bleiben noch 1081,17 MB Speicherkapazität auf der CD übrig.

4.3 Kraft-Abstandskurven

In der letzten Versuchsreihe werden für drei Materialproben die Kraft-Abstandskurven aufgenommen. Diese sind in den Abbildungen 20 und 21 dargestellt. Aus den Graphen

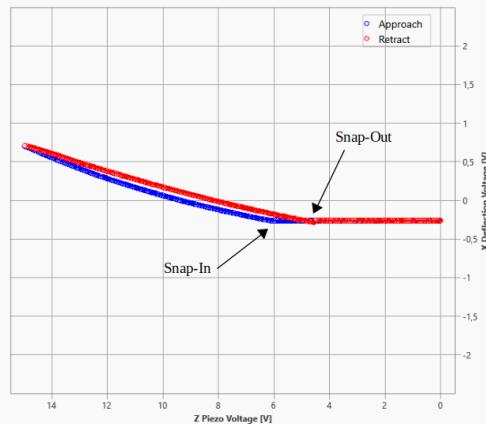


Abbildung 20: Die Kraft-Abstandskurve der Edelstahl-Probe.

werden die 'Snap-In'- und 'Snap-Out'-Bereiche abgelesen. Beispielhaft sind diese Bereiche in Abbildung 20 eingezeichnet.

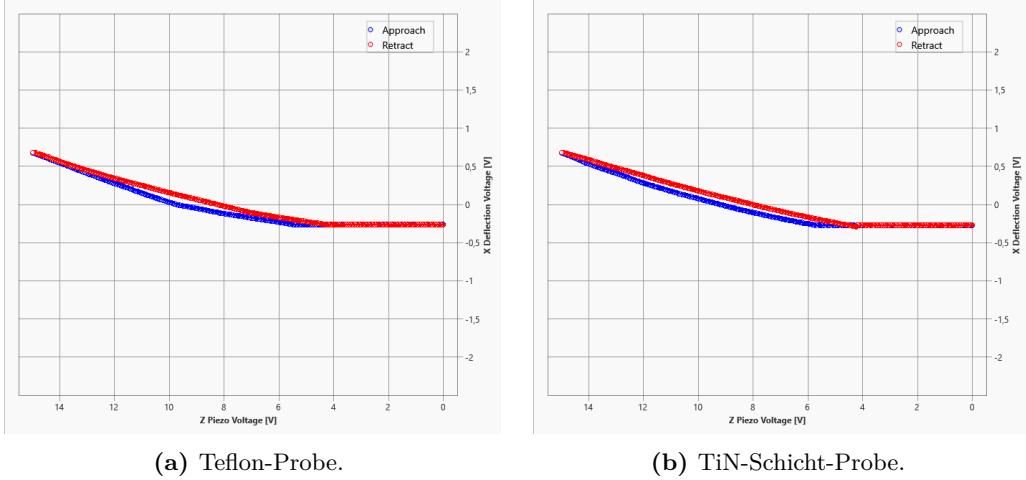


Abbildung 21: Die aufgenommenen Kraft-Abstandskurven der Teflon- und TiN-Probe.

Um von den Kraft-Abstandskurven auf die maximale Adhäsionskraft zu schließen wird zunächst der Höhenunterschied Δz des z-Piezoelements mit Formel (5) bestimmt.

$$\Delta z = |z_{\text{in}} - z_{\text{out}}| \quad (5)$$

Mit Gleichung (6) kann nun die maximale Adhäsionskraft berechnet werden. Wobei $k_{\text{cantilever}} = 0,2 \frac{N}{m}$ beträgt und die Federkonstante des Cantilevers wiedergibt. Zu beachten ist noch, dass das z-Piezo-Element bei einer Maximalspannung von 75 V um $20 \mu\text{m}$ ausgelenkt wird. Mittels Dreisatz wird der Höhenunterschied Δz so von Volt in Meter umgerechnet.

$$F_{\text{Adh}} = \Delta z \cdot k_{\text{cantilever}} \quad (6)$$

Diese Rechnung wird für alle drei untersuchten Materialproben vorgenommen. Die Messergebnisse sind in Tabelle 4 notiert. Abschließend wird noch der Elastizitätsmodul der

Tabelle 4: Ermittelte und berechnete Daten zur Bestimmung der maximale Adhäsionskraft von Edelstahl, Tefon und der TiN-Schicht Probe.

Probe	$U_{\text{snap-in}} / \text{V}$	$U_{\text{snap-out}} / \text{V}$	$\Delta z / \text{V}$	$F_{\text{Adh}} / \text{N}$
Edelstahl	6,188	4,556	1,632	$8,704 \cdot 10^{-8}$
Teflon	5,569	4,406	1,163	$6,203 \cdot 10^{-8}$
TiN-Schicht	5,981	4,219	1,762	$9,397 \cdot 10^{-8}$

Teflon-Probe abgeschätzt. Hierfür wird die Auslenkung von Teflon mit der härteren Edelstahlprobe verglichen und die Eindringtiefe d der Cantileverspitze in die Teflonprobe bestimmt. Dieser Vergleich ist in Abbildung 12 dargestellt. Der Abstand der Teflonkurve zur Edelstahlprobe bei maximaler Auslenkung des Cantilevers beschreibt die Eindringtiefe d der Cantileverspitze. Die effektive Auslenkung des Cantilevers δ kann mit $\delta = z_p - d$ berechnet werden. Wobei z_p der Auslenkung des Probentisches, dem Verfahrweg, entspricht.

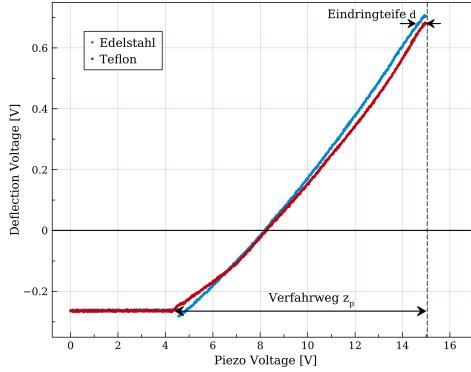


Abbildung 22: Vergleich der Annäherungskurven des Cantilevers an die Teflonprobe und die Edelstahlprobe. Eingezeichnet sind die Eindringtiefe d und der Verfahrtsweg z_p .

Mittels der Daten aus Abbildung 12 und Gleichung (7) wird der Elastizitätsmodul von Teflon berechnet.

$$E = \frac{k_{\text{cantilever}} \cdot \delta \cdot \pi \cdot (1 - v^2)}{2 \tan(\alpha) \cdot d^2} \quad (7)$$

Hierbei gibt α den Öffnungswinkel der pyramidenförmigen Cantileverspitze an, dieser beträgt für den hier verwendeten Cantilever 10° . Die Poissonzahl von Teflon wird mit $v = 0,46$ angenommen. Es folgt:

$$E_{\text{Teflon}} = 474,83 \text{ MPa}$$

5 Diskussion

Die im ersten Aufgabenteil vermessenen Strukturgrößen der verschiedenen Mikrostrukturen stimmen gut mit den im Datenblatt angegebenen Werten überein. In Tabelle (5) sind die Messergebnisse inklusive Abweichung nochmals aufgeführt.

Tabelle 5: Messergebnisse der Mikrostrukturen im Vergleich zu den Kenngrößen aus dem Datenblatt [3].

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

Die Vermessung der drei verschiedenen Speichermedien in der zweiten Versuchsreihe wurde mit demselben Auswertungsprogramm, welches schon für den ersten Versuchsteil verwendet wurde, durchgeführt. Die Fehler der Mittelwerte aus Tabelle (3) lassen auch hier auf gute Messwerte schließen. Da alle Abstände und Größen der Pits auf den

Speichermedien manuell mit dem Distance-Tool vermessen wurden, ist es schwer zu sagen, wie genau diese Werte sind. Denn beispielsweise die AFM-Aufnahmen der Blu-ray (siehe Anhang) sind im Vergleich mit den aufgenommenen Bildern der CD unscharf. So lassen sich die Ränder der Pits auf der Blu-ray nicht exakt bestimmen. Zusätzlich wurde in diesem Aufgabenteil die Speicherkapazität der CD abgeschätzt. Wie in Tabelle (6) gezeigt ist, liegt diese berechnete Speicherkapazität über der gewöhnlich Speicherkapazität einer CD. Die Abweichung liegt zum einen an den Abweichungen der gemessenen Pitlängen und -abständen. Beispielsweise wurde für die Bestimmung der minimalen Pitlänge ausschließlich der Mittelwert aus sechs Messungen berechnet. Außerdem handelt es sich hier lediglich um eine Abschätzung und nicht um eine genaue Berechnung.

Tabelle 6: Vergleich der Abgeschätzten Speicherkapazität der untersuchten CD.

Kapazität exp.	Kapazität theo. [4]	Abweichung
1081,17 MB	900 MB	20,13 %

Die gemessenen Kraft-Abstandskurven weisen alle einen typischen Verlauf auf. Der Snap-Out Bereich ist jedoch nicht bei allen untersuchten Materialien deutlich erkennbar. So konnte bei Teflon dieser Wert nicht exakt aus der Grafik (siehe Abbildung (21a)) entnommen werden. Die berechneten Adhäsionskräfte liegen alle in der zu erwartenden Größenordnung von $F_{Adh} 10^{-8} - 10^{-9}$ N [5]. In Tabelle 7 ist zu erkennen, dass die experimentell Bestimmte Adhäsionskraft von Edelstahl auch gut mit dem Literaturwert übereinstimmt. Zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls der Teflon-Probe wurde die

Tabelle 7: Vergleich der errechneten Adhäsionskraft mit dem Literaturwert [6].

Adhäsionskraft exp.	Adhäsionskraft theo.	Abweichung
$8,704 \cdot 10^{-8}$ N	$7,5 \cdot 10^{-8}$ N	16,05 %

Cantileverspitze als kegelförmig angenommen. Der Öffnungswinkel und die Federkonstante des Cantilevers sowie die Poissonzahl wurden aus Literaturangaben gewonnen. Im Vergleich mit dem theoretisch erwarteten Wert für den Elastizitätsmodul ist die experimentelle Berechnung sehr gut, siehe Tabelle(8). Die Abweichung des Elastizitätsmoduls

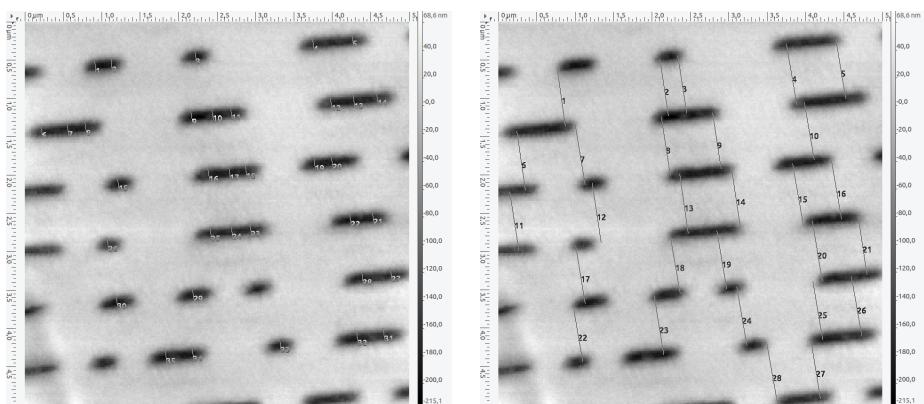
Tabelle 8: Vergleich des Elastizitätsmoduls der Teflon-Probe mit dem Literaturwert [7].

Elastizitätsmodul exp.	Elastizitätsmodul theo.	Abweichung
474,83 MB	420 MB	13,05 %

ist durch den nichtlinearen Verlauf des Kontaktbereichs der Edelstahlprobe zu erklären. Diese wurde bei der Bestimmung der Eindringtiefe als Referenzprobe verwendet. Die Eindringtiefe d in die Teflon-Probe wurde hier beim maximale Verfahrweg z_p der Probe gemessen.

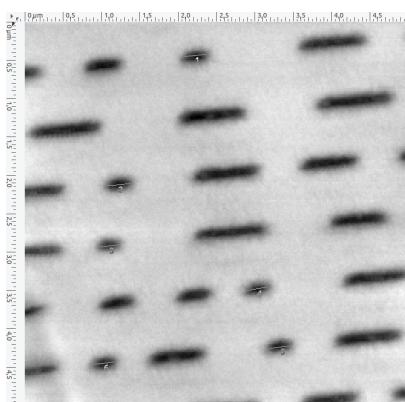
Insgesamt ist das Rasterkraftmikroskop (AFM) eine gute Variante zur Bestimmung von Topographien einer makroskopisch glatten Oberfläche sowie deren Materialeigenschaften.

6 Anhang

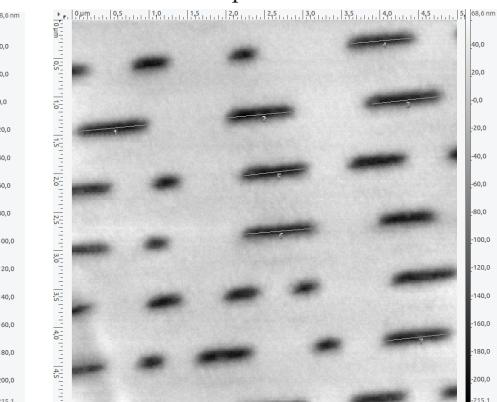


(a) Bestimmung der durchschnittlichen Pitbreite einer DVD.

(b) Bestimmung des Spurabstands zwischen zwei Pitspuren.

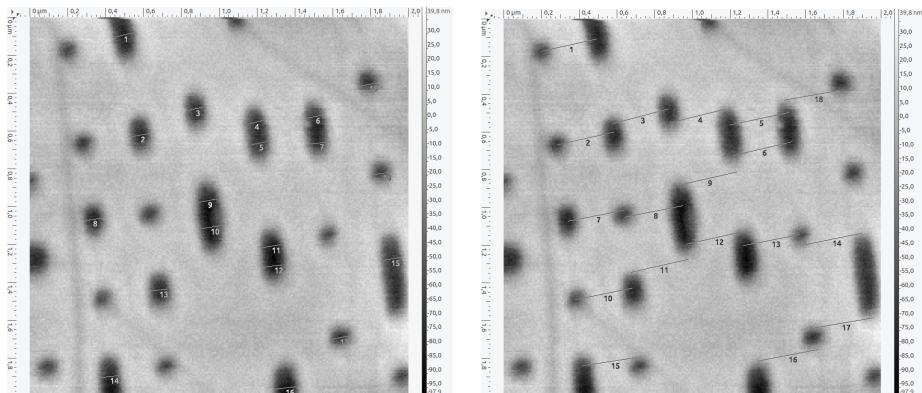


(c) Vermessung der minimalen Länge eines Pits auf einer DVD.



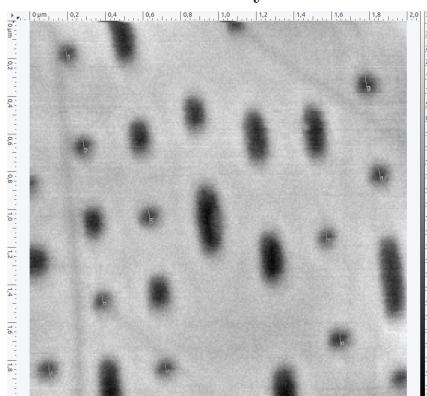
(d) Vermessung der maximalen Pitlänge.

Abbildung 23: Gezeigt ist hier die Vermessung der Pits einer DVD.

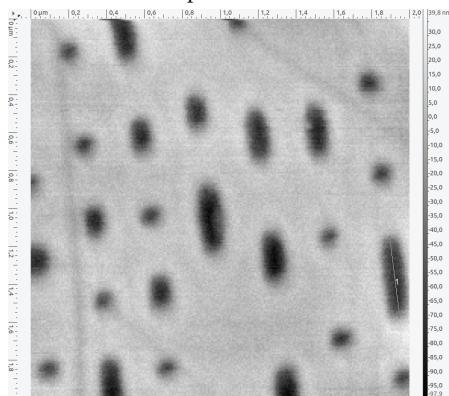


(a) Bestimmung der durchschnittlichen Pitbreite einer Blu-ray.

(b) Bestimmung des Spurabstands zwischen zwei Pitspuren.



(c) Vermessung der minimalen Länge eines Pits auf einer Blu-ray.



(d) Vermessung der maximalen Pitlänge.

Abbildung 24: Gezeigt ist hier die Vermessung der Pits einer Blu-ray.

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, *FP2-Versuch: Rasterkraftmikroskopie*, Version 3 (2014).
- [4] *Compact Disc*, https://de.wikipedia.org/wiki/Compact_Disc (besucht am 24.11.2020).
- [5] C. Bröll, *Rasterkraftmikroskopie-Potenzial und Funktionsweise im Hinblick auf den Einsatz im außerschulischen Lernort* (Universität Würzburg, 2013).
- [6] *Rasterkraftmikroskop Handbuch* (THORLABS, 2018).
- [7] *Polytetrafluorethylen (PTFE)*, https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polytetrafluorethylen-ptfe?n=1601_1 (besucht am 19.10.2020).