

Rasterkraftmikroskopie

Fortgeschrittenpraktikum 2, Festkörperphysik

Julian Schröer
julian.schroeer@tu-dortmund.de
und
Stefan Grisard
stefan.grisard@tu-dortmund.de

Tag der Durchführung: 26.04.19

Tag der 2. Abgabe: 07.06.19

Einleitung

Die in den 1980er Jahren entwickelte Rasterkraftmikroskopie ist ein hochauflösendes Mikroskopieverfahren, welches auf der Wechselwirkung einer dünnen Spitze mit der Oberfläche der betrachteten Probe beruht. Die Oberfläche der Probe wird dabei mithilfe der Spitze abgerastert, sodass ein dreidimensionales Abbild der Probe, aus der lateralen und vertikalen Position der Spitze erzeugt wird. Die Rasterkraftmikroskopie ist mit einer Auflösung von bis zu 0,1 pm das bislang hochauflösendste Strukturanalyseverfahren. Im Gegensatz zu anderen Mikroskopieverfahren ist es mit einem Rasterkraftmikroskop (AFM ¹) außerdem möglich, Messungen an nichtleitenden Proben vorzunehmen, sowie Messungen bei Normalbedingungen und in Flüssigkeiten durchzuführen. Neben der Analyse der Oberflächenstruktur, ist es zusätzlich möglich verschiedene mechanische Eigenschaften der Oberfläche wie zum Beispiel den Elastizitätsmodul oder die wirkende Adhäsionskraft zu messen.

Ziel des vorliegenden Versuchs ist die Vermessung einer periodischen Mikrostrukturprobe und der Speicherpits einer CD und DVD mit dem AFM im *constant-force* Modus ². Außerdem werden für die Materialien Edelstahl, Teflon und Kohlenstoff (in Form von DLC ³) Kraftabstandskurven aufgenommen, um den Elastizitätsmodul und die Adhäsionskraft zu bestimmen.

¹Aus dem Englischen für **A**tomic **F**orce **M**icroscope

²siehe Kapitel 2.2

³Aus dem Englischen für **D**iamond **L**ike **C**arbon

1 Theoretische Grundlagen

Im Folgenden werden die für die Rasterkraftmikroskopie nötigen theoretischen und experimentellen Grundlagen anhand von Quelle [1] erläutert.

1.1 Wirkende Kräfte zwischen Probe und Spitze

Die zwischen Probe und Spitze wirkenden Kräfte können in lang- und kurzreichweitige, sowie abstoßende und anziehende Kräfte unterteilt werden.

Die für die Anziehung dominierende Kraft ist die London-Dispersionskraft (kurz LDK), die einen Teil der zwischen den Atomen wirkenden Van-der-Waals Kräfte ausmacht. Die LDK zählt zu den langreichweitigen Kräften und basiert auf der anziehenden Wechselwirkung spontan induzierter elektrischer Dipole in neutralen Atomen und Molekülen. Die Dipole entstehen durch Fluktuation der quantenmechanisch zu beschreibenden Ladungsdichteverteilungen der Elektronen. Das Potential zur LDK ist proportional zur inversen sechsten Potenz des Abstandes der betrachteten Wechselwirkungspartner und kann näherungsweise als isotrop und additiv beschrieben werden. Für die Berechnung der wirkenden Van-der-Waals Kraft zwischen Spitze und Probe müssen aufgrund der langen Reichweite der Kraft auch die durch die Atome im, als kugelförmig angenommenen, Volumen der Spitze induzierten Kräfte berücksichtigt werden. Insgesamt lässt sich die London-Dispersionskraft durch

$$F_{\text{LDK}} = -\frac{HR}{6D^2} \quad (1)$$

beschreiben. Dabei ist D der Abstand zwischen der Spitze und der Probe, R der Radius der Spitze und H die Hamaker-Konstante⁴.

Die Van-der-Waals Kraft ist bis zu einem Abstand von ca. 1 nm die für die Gesamtwechselwirkung dominierende Kraft. Die für kleinere Abstände wirkenden Kräfte basieren auf dem Überlapp der Wellenfunktionen der Hüllenelektronen von Spitze und Probe. Der Überlapp resultiert entweder in einer Erhöhung oder einer Reduzierung der insgesamt vorhandenen Energie, woraus entweder eine Abstoßung oder Anziehung resultiert.

Wird der Abstand zwischen Probe und Spitze kleiner als der Kovalenzradius der beteiligten Atome, treten starke abstoßende Kräfte aufgrund der elektrostatischen Wechselwirkung und des Pauli-Prinzips auf, da die Elektronen der inneren abgeschlossenen Schalen auch bei der Interaktion berücksichtigt werden müssen.

Das bevorzugte Modell für die quantitative Beschreibung aller, zwischen Probe und Spitze wirkender, Kräfte basiert auf dem Leonard-Jones Potential

$$U_{\text{LJ}}(r) = 4U_0 \left[\left(\frac{R_a}{r} \right)^{12} - \left(\frac{R_a}{r} \right)^6 \right]. \quad (2)$$

⁴siehe z.B. [2]

Der attraktive Teil der Kräfte wird dabei durch den zu r^{-6} proportionalen Term beschrieben und der repulsive Teil der Kräfte durch den zu r^{-12} proportionalen. Die Größe U_0 beschreibt die Tiefe des Potentialtopfes und R_a den Abstand, bei dem das Potential genau den Wert Null erreicht. In Abbildung 1 ist das Leonard-Jones Potential und dessen attraktiver und repulsiver Teil graphisch dargestellt. Die wirkende Kraft lässt sich mithilfe von

$$F_{LJ}(r) = -\nabla U_{LJ}(r) \quad (3)$$

berechnen. Für $r < R_a$ ist diese abstoßend, und für $r > R_a$ anziehend.

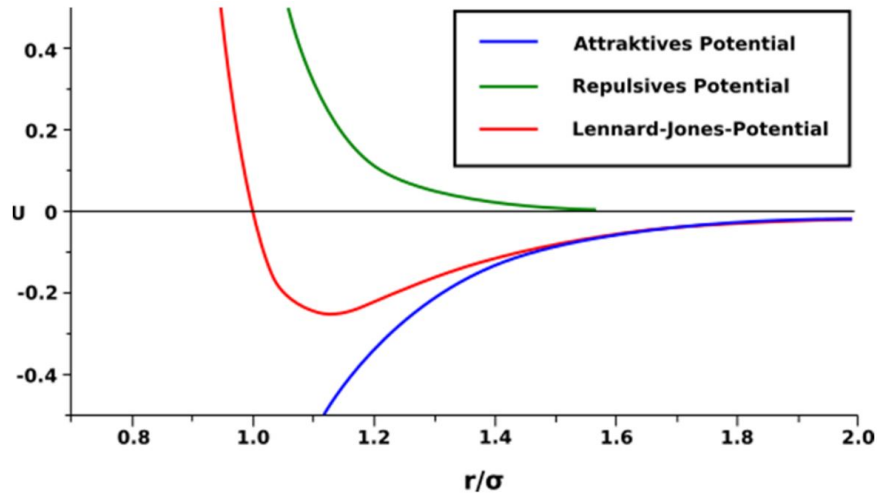


Abbildung 1: Leonard-Jones Potential zur Beschreibung der Wechselwirkung von Spitze und Probe nach [3].

1.2 Der piezoelektrische-Effekt

Der piezoelektrische Effekt tritt nur bei Kristallen auf, die nicht zentralsymmetrisch sind, beziehungsweise kein Inversionszentrum besitzen. Der Effekt beruht auf der Ausrichtung der im Festkörper vorhandenen elektrischen Dipole in einem externen elektrischen Feld. Das Feld sorgt für eine Verspannung des Kristalls in Form einer Ausdehnung des Materials. Umgekehrt induziert die Verspannung eines Kristalls eine Ladung an der Oberfläche, wodurch ein elektrisches Feld entsteht. Dies wird auch als umgekehrter piezoelektrischer Effekt bezeichnet. Der Effekt ist in Abbildung 2 schematisch dargestellt.

Da die Ausdehnung des Materials sehr gering ist, eignen sich piezoelektrische Materialien besonders, um die genaue Positionierung einer Probe im AFM zu kontrollieren. Die Position der Probe kann dabei auf einige Nanometer genau kontrolliert werden.

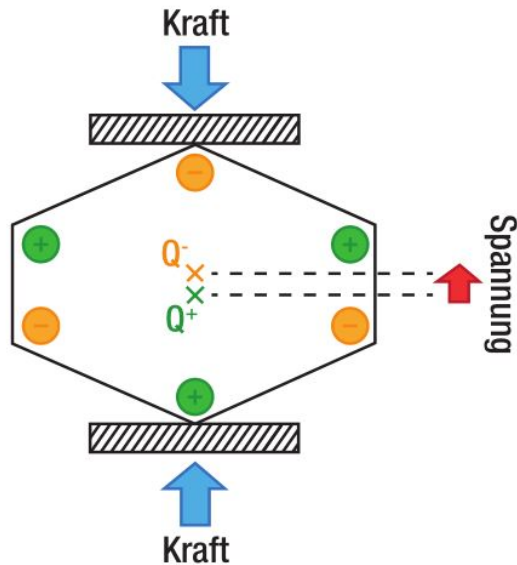


Abbildung 2: Schemazeichnung des piezoelektrischen Effekts. Durch Ausübung einer externen Kraft verschieben sich die vorhandenen Ladungen so, dass ein Ungleichgewicht entsteht, woraus eine elektrische Spannung resultiert.[3]

2 Experimentelle Grundlagen

2.1 Funktionsweise des AFM

In der Rasterkraftmikroskopie wird die zu untersuchende Probe mittels einer Spitze abgerastert, welche an einem Balken (Englisch Cantilever) befestigt ist, welcher, je nach Kraft, die auf die Spitze wirkt, ausgelenkt wird. Damit das Mikroskop sensitiv auf geringe Kraftunterschiede ist, muss der Cantilever eine geringe Federkonstante besitzen um kleine Auslenkungen detektieren zu können. Um die Auslenkung des Cantilevers detektieren zu können wird im vorliegenden Versuch das sogenannte Lichtzeigerprinzip verwendet. Dazu wird ein fasergekoppelter Laser auf die Rückseite des Cantilevers fokussiert. Die Auslenkung des Cantilevers resultiert nun in einer räumlichen Verschiebung des reflektierten Laserstrahls. Diese Verschiebung kann mit einer Viersegment-Photodiode detektiert werden. Weitere Detektionsverfahren basieren z.B. auf interferometrischen, oder piezoresistiven Messungen der Auslenkung, sollen hier aber nicht genauer erläutert werden.

Um die Probe abzurastern, wird nicht der Cantilever, sondern die Probe selbst verschoben. Dazu wird die Probe auf einer piezo-gesteuerten Positioniereinheit gelagert, sodass die Probe in x - und y - Richtung verschoben werden kann. Je nach Messmodus wird die Positioniereinheit außerdem dazu verwendet, den Abstand zwischen Probe und Spitze zu kontrollieren. Eine Schemazeichnung des verwendeten Rasterkraftmikroskops ist in Abbildung 3 dargestellt.

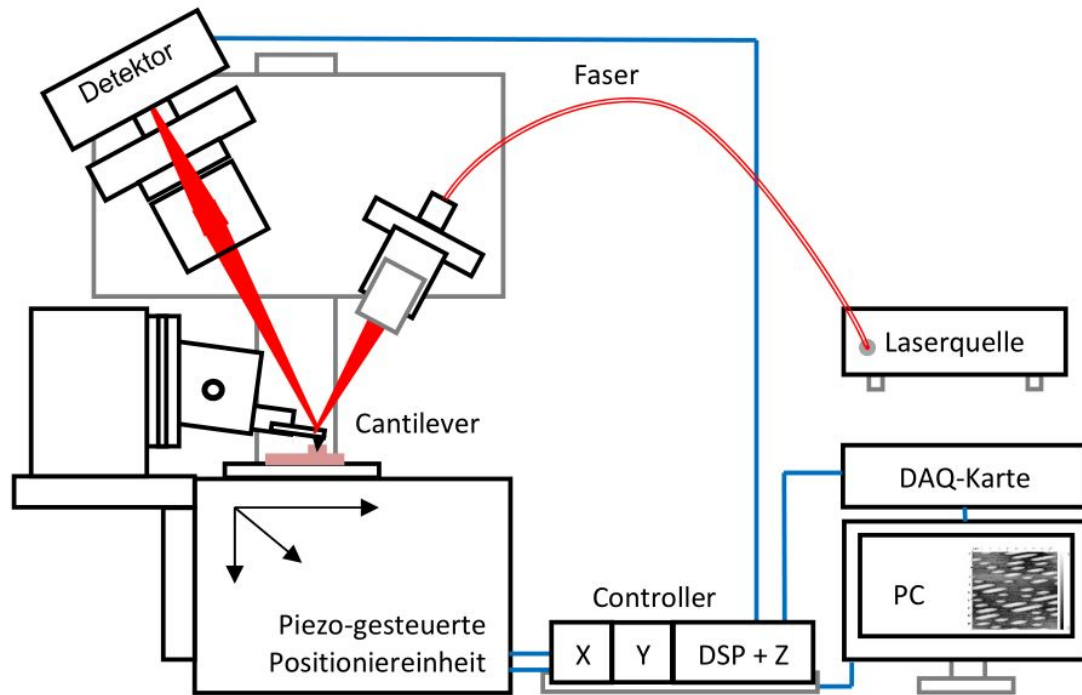


Abbildung 3: Schema des Messaufbaus für ein Rasterkraftmikroskop. [3]

Um die Höhe der Probe in Abhängigkeit vom gemessenen Signal kontrollieren zu können, wird der Controller der Positioniereinheit mit der Photodiode verbunden. Die gemessenen Signale werden mithilfe einer DAQ-Karte ausgelesen und zur Weiterverarbeitung an einen Computer weitergeleitet.

2.2 Messmodi

Um Scanlinien mit dem Rasterkraftmikroskop aufzunehmen gibt es mehrere mögliche Messmodi, in denen das Mikroskop betrieben werden kann. Dabei wird zwischen dynamischen und statischen Modi unterschieden.

Die statischen Messmodi finden Anwendung im in Abbildung 4 gezeigten Kontaktregime des AFM. Spitze und Probe sind in diesem Abstandsbereich in mechanischem Kontakt. Es ist nun möglich Messungen bei konstantem Abstand (*constant-height-mode*) durchzuführen und die variierende Kraft als Messsignal zu wählen, oder die wirkende Kraft konstant zu halten (*constant-force-mode*) und die variierende Höhe in Form eines Piezosignals zu messen.

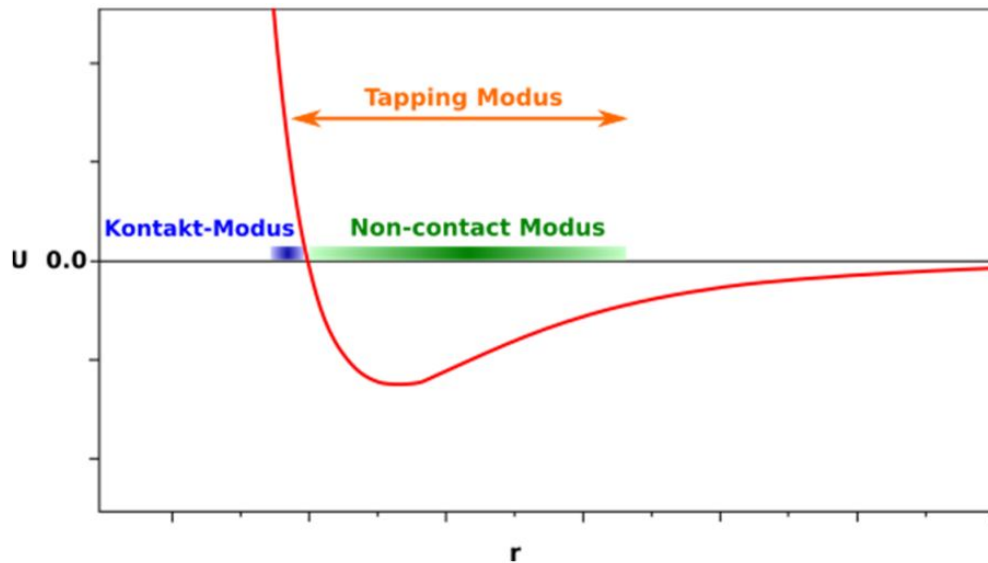


Abbildung 4: Unterscheidung der Messmodi je nach Potentialbereich, in denen die Messungen durchgeführt werden. Die Nullstelle des Potentials bildet die Grenze zwischen *contact-* und *non-contact mode*. Der *tapping-mode* hat keinen festen Messbereich, da er ein dynamischer Messmodus ist. [3]

Ein Nachteil der Messung bei konstanter Höhe ist das Risiko, die Spitze bei zu starken Kräften abzubrechen. Dies ist vor allem bei sehr unebenen Proben ein nicht zu vernachlässigendes Problem. In diesem Experiment, werden daher alle Scans im *constant-force-mode* durchgeführt. Um die zwischen Probe und Spitze wirkende Kraft konstant zu halten, wird das Auslenkungssignal von der Photodiode direkt an die Piezo-Positioniereinheit zurückgegeben, sodass die Höhe der Einheit präzise und schnell nachgeregelt wird.

Im dynamischen Messbetrieb wird der Cantilever, beispielsweise durch eine zweite Piezoschaltung, extern in Schwingungen versetzt. Dies kann wahlweise direkt (*dynamic mode*), oder nah an (*intermitting mode* oder *tapping mode*) der Resonanzfrequenz geschehen. Verändert sich nun die zwischen Probe und Spitze wirkende Kraft, so kommt es zu einer Änderung der Resonanzfrequenz. Je nach Messmodus kann nun die Frequenzverschiebung, oder die Amplitude der Schwingung als zur Kraft korrespondierende Messgröße verwendet werden. Messungen im *dynamic mode* werden ohne durchgehenden direkten mechanischen Kontakt und üblicherweise im Vakuum bzw. Hochvakuum durchgeführt. Mithilfe des *intermitting mode* sind auch Messungen bei Normalbedingungen und in Flüssigkeiten möglich. Messungen im dynamischen Modus bieten im Allgemeinen zwar bessere Auflösungen als statische, sind dafür aber zeitaufwendiger.

2.3 Scanlinien und Scanartefakte

Die beim Abrastern der Probe entstehenden Scanlinien beschreiben das Höhenprofil der Oberfläche der Probe. Dabei ist darauf zu achten, dass die aufgenommene Scanlinie der Faltung der Probenoberfläche mit der verwendeten Spitze entspricht ⁵. Unebenheiten an der Spitze gehen also ebenfalls in das gemessene Signal mit ein und verunreinigen die eigentliche Scanlinie. Um Unebenheiten auf der Spitze festzustellen, können bekannte Proben mit möglichst scharfen Kanten vermessen werden. Mithilfe von Proben, deren Oberfläche selbst sehr scharfe Spitzen beinhaltet, lässt sich auch umgekehrt eine Scanlinie der Raster Spitze selbst aufnehmen.

Ein weiteres Scanartefakt, welches maßgeblichen Einfluss auf die Genauigkeit der Scanlinien hat, ist die Hysterese der Piezoelemente. Die Ausdehnung und das Zusammenschrumpfen der Piezoelemente ist ein nicht exakt linearer Prozess. Die Hysterese der Piezomaterialien sorgt nun dafür, dass sich das Material nicht exakt genauso ausdehnt, wie es sich zusammenzieht. Der Vorgang ist in Abbildung 5 dargestellt.

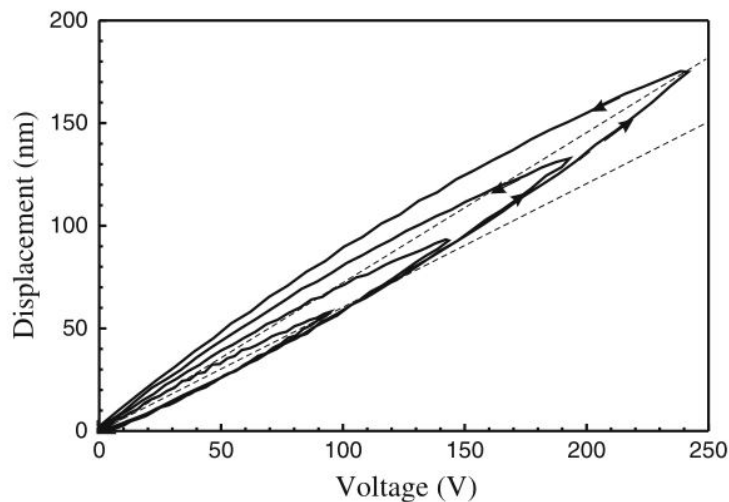


Abbildung 5: Hysteresekurve eines Piezokristalls, im für die Rasterkraftmikroskopie relevanten Bereich. [1]

Mithilfe der sogenannten *strain-gauge-method* ist es möglich den Einfluss der Hysterese zu vermindern. Dazu werden Dehnungsmessstreifen auf die Piezoelemente aufgeklebt, welche die Ausdehnung und das Zusammenziehen präzise messen können, sodass die entstehenden Fehler beim Auswerten der Scanlinien berücksichtigt werden können.

⁵Es handelt sich hier um die Faltungen der Funktionen, mit denen Oberfläche und Spitze moduliert werden.

Da die Änderungen der Ladungsverteilung in den Piezoelementen nicht instantan vonstatten geht ist das AFM in seiner Auflösung ebenfalls beschränkt. Bei sehr schnell variierenden Messsignalen kommt es dadurch zu einer Verzögerung aufgrund der länger dauernden Ausrichtung der Dipole im Material. Dieses Scanartefakt wird auch als *creep* bezeichnet.

Ebenfalls zu berücksichtigen sind thermale Drifts in allen mechanischen Komponenten des Systems. Wird nicht im UHV gemessen ist es außerdem möglich, dass sich auf der Probenoberfläche ein Wasserfilm bildet. Dadurch bildet sich bei Heranfahren der Spitze an die Oberfläche ein Wassermeniskus, in dem anziehende Kapillarkräfte wirken. Dies nimmt ebenfalls Einfluss auf die in Kapitel 2.4 erläuterten Messungen von Kraft-Abstands Kurven.

2.4 Kraft-Abstands-Kurven

Neben der Analyse der Oberflächenstruktur, lassen sich mit einem Rasterkraftmikroskop auch gezielt mechanische Eigenschaften der Materialoberfläche untersuchen. Dies gelingt durch Messungen von Kraft-Abstands-Kurven. Die Spitze des AFM wird dabei in die Probe hinein gedrückt und wieder heraus gezogen. So lässt sich die Kraft als Funktion des Abstandes zwischen Probe und Spitze aufnehmen. In Abbildung 6 sind typische Kraft-Abstands-Kurven für ein weiches und ein hartes Material dargestellt. Die blaue Kurve beschreibt dabei das Eindringen der Probe und die rote das Herausziehen der Spitze aus der Probe.

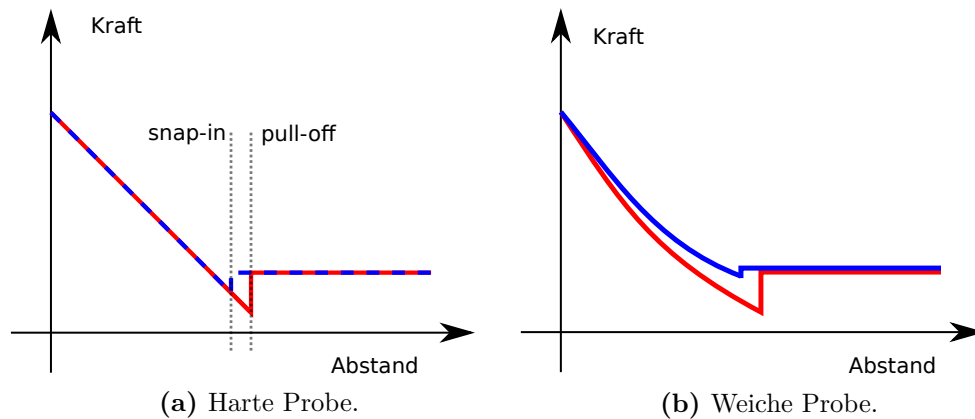


Abbildung 6: Schema von Kraft-Abstands-Kurven für weiche (a) und harte (b) Proben.

Beim Heranfahren an die Oberfläche wird für einen bestimmten Abstand eine schlagartige Änderung der Kraft detektiert, die durch das Einsetzen der kurzreichweitigen Wechselwirkungen zustande kommt (*snap-in*). Auf dem Rückweg der Spitze entsteht durch die wirkende Adhäsionskraft ein sogenannter *pull-off*. Mithilfe dieser Effekte kann die Adhäsionskraft in Kapitel 4 bestimmt werden. Um aus der Kraft-Abstands-Kurve den Elastizitätsmodul der untersuchten Probe zu bestimmen, muss zunächst die Federkonstante des Cantilevers ermittelt werden. Diese kann mithilfe der Formel

$$k = \frac{E_c \cdot w \cdot t^3}{4 \cdot l} \quad (4)$$

aus Breite w , Höhe t und Länge l des Cantilevers berechnet werden. [3] Außerdem geht der Elastizitätsmodul E_c des Cantilevermaterials in die Berechnung ein.

Aus dem von A. Touhami erweiterten Hertzschen Modell der Kontaktmechanik lässt sich nun eine Formel für den Elastizitätsmodul der Oberfläche der Probe ableiten. Das Modell beschreibt das Eindringen eines Stempels in einen elastischen Halbraum [3]. Der Stempel entspricht beim AFM der Spitze am Cantilever und wird durch einen Kegel modelliert.

Für die Kraft F zwischen Spitze und Probe ergibt sich so die Formel

$$F = \frac{2}{\pi} \tan(\alpha) \cdot \frac{E}{1 - \nu^2} \cdot \delta^2. \quad (5)$$

Dabei ist ν die Poissonzahl und δ die Verformung der Oberfläche. Die Kegelgeometrie geht dabei in Form des halben Öffnungswinkel α in die Formel ein.

3 Versuchsdurchführung

Mit dem in Kapitel 2.1 beschriebenen Aufbau werden im Folgenden Scanlinien verschiedener Proben aufgenommen. Dafür wird die z-Piezonachregelung des Rasterkraftmikroskops aktiviert. Zuerst wird eine Siliziumprobe vermessen, auf der kreis- und linienförmige, sowie quadratische Strukturen aufgebracht sind. Die Scans werden bei einer Auflösung von 250×250 Pixeln auf einer Fläche von $20 \times 20 \mu\text{m}$ aufgenommen. Als Scangeschwindigkeit wurden 100 pps gewählt. Anschließend werden die Speicherpits einer CD und einer DVD vermessen. Bei der CD wird eine Fläche von $10 \times 10 \mu\text{m}$ und bei der DVD von $5 \times 5 \mu\text{m}$ vermessen. Scangeschwindigkeit und Auflösung bleiben gleich. Als Höhenkalibrierung wird für alle Scans ein Faktor von 155 nm/V eingestellt. Für jede Messung wird ein Vorwärts- und Rückwärtsscan durchgeführt.

Abschließend werden für die Materialien Teflon, Edelstahl und Kohlenstoff in Diamantstruktur (DLC) Kraft-Abstands-Kurven aufgenommen. Dafür wird die z-Piezo Nachregelung abgeschaltet. Die Starthöhe wird dabei so gewählt, dass eine vollständige Kraft-Abstands-Kurve aufgenommen werden kann.

4 Auswertung

Nachfolgend werden die gewonnenen Messergebnisse dargestellt und nötige Rechnungen durchgeführt. Zur Auswertung der AFM Aufnahmen wird die Software *Gwyddion* verwendet.

4.1 Vermessung der Mikrostruktur

Es werden die räumlichen Ausdehnungen einer Linien-, Quadrat- und Kreisstruktur vermessen. Zur Umrechnung zwischen Spannung am Piezo und Auslenkung wird nachfolgend der Faktor 155 nm/V benutzt. Das aufgenommene Bild der Linienstruktur ist in Abbildung 7(a) dargestellt. Hieraus wurde das Profil in Abbildung 7(b) entnommen. Das Bild und auch das Profil zeigen deutlich einen gemessenen Höhengradienten entlang beider Scan Richtungen. Zur Vermessung der Mikrostruktur und auch zur Quantifizierung dieses Höhengradienten wird wie folgt vorgegangen. Die Daten des Höhenprofils

werden gemäß der eingezeichneten vertikalen Linien in 7(b) jeweils dem oberen und unterem Niveau der Struktur zugeordnet. Es werden nur Datenpunkte außerhalb der grau hinterlegten Bereiche verwendet. Für beide Niveaus kann dann eine lineare Regression berechnet werden. Die Steigung beträgt in beiden Fällen ca. $10 \text{ nm}/\mu\text{m}$. Die Differenz der Ordinatenabschnitte und damit die Höhe h der Struktur ergibt sich zu

$$h_{\text{Linie}} = (0,113 \pm 0,005) \mu\text{m} \quad (6)$$

und weicht damit um ca. 13 % von der Herstellerangabe ($0,1 \mu\text{m}$) ab. Aus den Abständen der eingezeichneten Linien in 7(b) kann der Strukturabstand s zu

$$s_{\text{Linien}} = (5,03 \pm 0,09) \mu\text{m} \quad (7)$$

bestimmt werden, was einer Abweichung von etwa 0,6 % zur Angabe $5 \mu\text{m}$ entspricht.

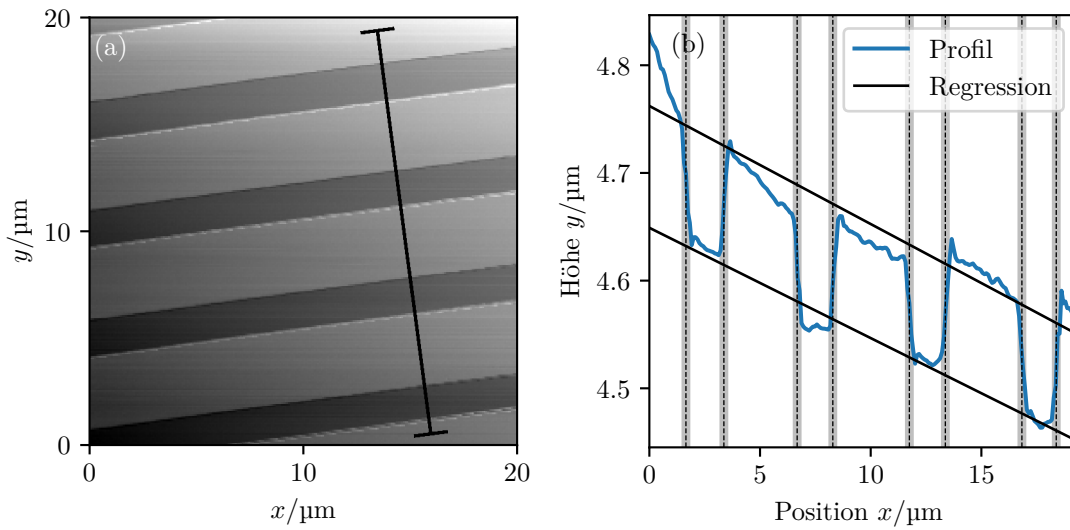


Abbildung 7: Ergebnis der Messung an dem Linienprofil der Mikrostruktur. (a) AFM Aufnahme mit eingezeichneter Linie, entlang der das Profil in Abbildung (b) aufgenommen wurde. Das Profil ist über die Breite der in (a) eingezeichneten Balken gemittelt. Zudem sind in (b) die linearen Regressionen an die Datenpunkte eingezeichnet, die dem oberen bzw. unterem Niveau der Mikrostruktur zugeordnet wurden.

Analog wird für die Quadratstruktur vorgegangen. Das AFM Bild, sowie ein horizontales und vertikales Profil sind in Abbildung 8 einzusehen. Es zeigt sich ein deutlicher Unterschied zwischen den Profilen. Da das vertikale Profil (c) wesentlich stärker verrauscht ist, kann von einer schlechteren Auflösung des Systems entlang der y -Richtung ausgegangen werden. Dies könnte an der Hysterese des zugehörigen Piezos liegen oder an einer asymmetrischen Cantilever-Spitze. Da die fehlerhafte Messung der Struktur insbesondere an den Stufen der Struktur auftritt, wird im Fall der vertikalen Linien ein größerer Bereich der Daten nicht verwendet (siehe Abbildung 8 (c)). Die gemessene Steigung des

horizontalen Profils beträgt ca. $8 \text{ nm}/\mu\text{m}$, die des vertikalen Profils ca. $5 \text{ nm}/\mu\text{m}$. Aus dem horizontalen Profil ergibt sich für Strukturabstand und Höhe:

$$h_{\text{Quadrat}} = (0,1013 \pm 0,0006) \mu\text{m}, \quad s_{\text{Quadrat}} = (9,62 \pm 0,09) \mu\text{m}. \quad (8)$$

Aus dem vertikalen Profil:

$$h_{\text{Quadrat}} = (0,0970 \pm 0,0009) \mu\text{m}, \quad s_{\text{Quadrat}} = (10,004 \pm 0,009) \mu\text{m}. \quad (9)$$

Es ist somit zu beobachten, dass die gemessene Höhe und der Strukturabstand anhand des vertikalen Profils mit einer Abweichung von 3 bzw. 4 % näher an den Herstellerangaben liegen. Dies spricht dafür, dass die Umrechnung zwischen Piezospannung und Verschiebungsstrecke, für x -(etwa entlang horizontalem Profil) und y -Richtung (etwa entlang vertikalem Profil) unterschiedlich sind oder dass asymmetrische thermische Drifts und andere Störeinflüsse auftreten.

Das Ergebnis der Messung an den Kreisstrukturen ist in Abbildung 9 dargestellt. In Teil (b) ist eine Aufnahme ohne Strain Gauge zu sehen. Der Vergleich mit Abbildungsteil (a) zeigt den Einfluss der Strain Gauge Funktion. Die ersichtliche Verzerrung der Kreise wird verringert und ebenfalls der Kontrast erhöht. Dennoch bleibt auch mit eingeschalteter Strain Gauge Funktion eine Verzerrung der Kreise zurück. Mittels zwei Profilen, die ebenfalls in Abbildung 9 gezeigt sind, können erneut die Abmessungen der Struktur ermittelt werden. Aus dem horizontalem Profil:

$$h_{\text{Kreise}} = (0,094 \pm 0,002) \mu\text{m}, \quad s_{\text{Kreise}} = (4,85 \pm 0,07) \mu\text{m}. \quad (10)$$

Aus dem vertikalen Profil:

$$h_{\text{Kreise}} = (0,090 \pm 0,003) \mu\text{m}, \quad s_{\text{Kreise}} = (5,06 \pm 0,06) \mu\text{m}. \quad (11)$$

Die Strukturgröße ist entlang der y -Richtung erneut näher an der Herstellerangabe $5 \mu\text{m}$. Es zeigt sich zudem wieder eine stärkere Verzerrung der Daten entlang der y -Verschiebung.

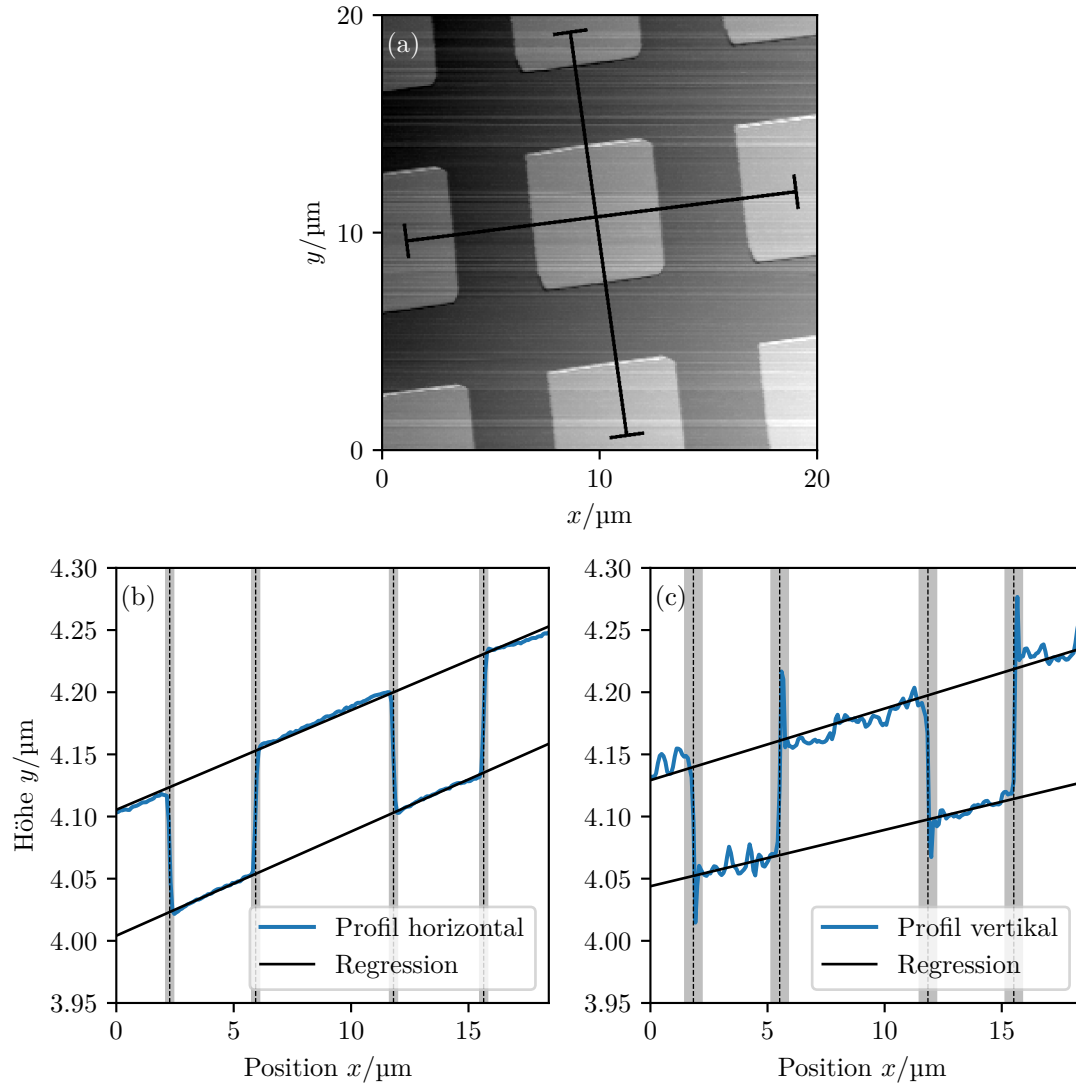


Abbildung 8: Ergebnis der Messung an den quadratischen Mikrostrukturen. (a) AFM Aufnahme mit eingezeichneten Linien, entlang derer die Profile in Abbildung (b) und (c) aufgenommen wurden. Die Profile sind über die Breite der in (a) eingezeichneten Balken gemittelt.

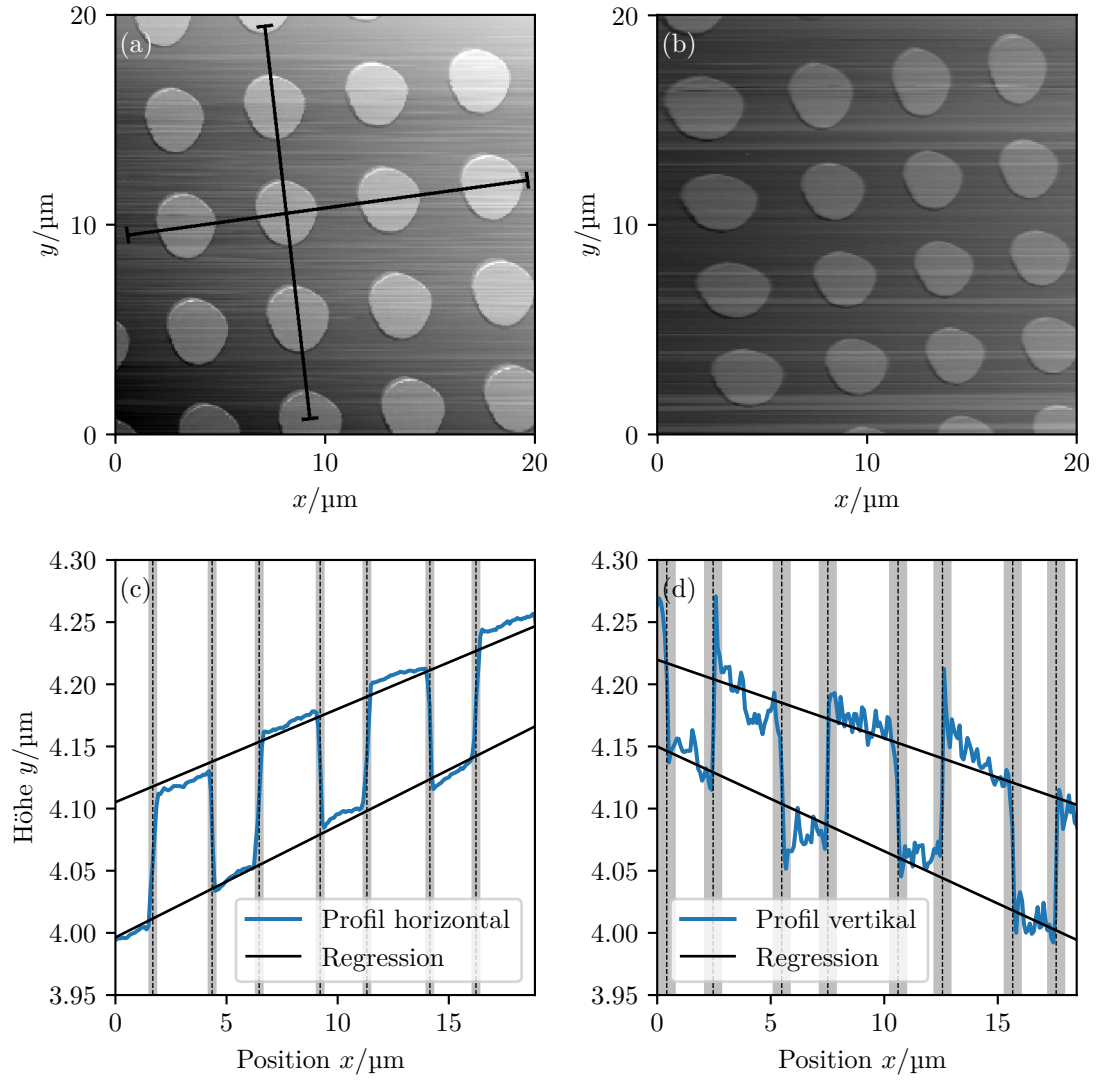


Abbildung 9: (a) AFM Aufnahme der Kreiststruktur mit eingezeichneten Profilen, die in (c) und (d) aufgetragen sind. (b) zeigt eine Aufnahme mit ausgeschalteter Strain Gauge Kontrolle.

4.2 Vermessung CD / DVD

Die aufgenommenen AFM Bilder der CD und DVD Oberflächen sind in Abbildung 10 einzusehen. Die Aufnahmen verfügen über einen schwachen Kontrast und eine schlechte Auflösung. Von einer quantitativen Analyse der DVD Abmessungen wird daher abgesehen. Die vorhandene Blu-Ray konnte mit dem Aufbau nicht analysiert werden.

In Abbildung 10 (a) sind die Linien eingezeichnet, entlang derer die relevanten Abmessungen der CD Struktur mit Gwyddion ausgemessen wurden. Aus dem Profil in Abbildung 10 (b) kann die Strukturhöhe zu etwa $0,07\text{ }\mu\text{m}$ ermittelt werden. Das Auslesen der Information auf einer CD erfolgt über Interferenzeffekte. Die Pittertiefe ist so gewählt, dass sich der Laufweg des Lichts um eine halbe Wellenlänge ändert, wenn ein Pit vorliegt. Im Falle von CDs wird ein Laser mit 780 nm verwendet, dessen Wellenlänge im Medium etwa 500 nm beträgt. Die optimale Pit-Tiefe wäre daher 250 nm [4]. Der hier zu klein gemessene Wert, könnte durch eine zu grobe Spitze bedingt sein.

Des weiteren ergeben sich folgende Abmessungen der Pits:

$$\begin{aligned} \text{Spurbreite:} & \approx 0,227\text{ }\mu\text{m} \\ \text{Spurabstand:} & \approx 1,533\text{ }\mu\text{m} \\ \text{minimale Pitlänge:} & \approx 0,485\text{ }\mu\text{m} \\ \text{maximale Pitlänge:} & \approx 1,622\text{ }\mu\text{m}. \end{aligned} \tag{12}$$

Hieraus kann die Speicherkapazität ermittelt werden (nach Quelle [3]). Eine CD hat in etwa eine Fläche von 100 cm^2 . Mit dem Spurabstand $1,53\text{ }\mu\text{m}$ ergibt sich daraus eine Länge der Gesamtspur von $6,5\text{ km}$. Diese Länge geteilt durch die minimale Bitlänge $0,24\text{ }\mu\text{m}$ (halbe minimale Pitlänge) ergibt die Anzahl an Bits $2,7 \cdot 10^{10}$. Nun muss die *Eight-to-Fourteen* Methode beachtet werden um daraus die Speicherkapazität zu bestimmen:

$$\text{CD Speicherkapazität: } \frac{2,7 \cdot 10^{10}}{14 + 3} \approx 1,6\text{ GB}. \tag{13}$$

Die maximale Speicherkapazität von CDs beträgt gewöhnlich 900 MB . Hierzu muss jedoch die innere Speicherstruktur einer CD beachtet werden, die dazu führt, dass nicht die volle mögliche Speicherkapazität genutzt werden kann, welche hier bestimmt wurde. Zudem könnten die zu klein gemessene Pitdimensionen zu einem fehlerhaften Ergebnis führen. Bei der Vermessung der Quadrate wurden in x -Richtung bereits zu kleine Strukturwerte gemessen. Dies spricht dafür, dass der hier gemessene Spurabstand zu klein ist. Dies führt zu einer erhöhten Speicherkapazität.

In Abbildung 11 sind die Darstellungen aus Abbildung 10 erneut dargestellt, wobei hier der Höhengradient mittels *gwyddion* korrigiert wurde. Die AFM Bilder der CD und DVD aus 11(a) und (c) verfügen daher zwar über einen höheren Kontrast, jedoch scheint sich die Genauigkeit, mit der die Strukturgrößen abgelesen werden können, zu verschlechtern, siehe 11(b). Ein erneutes Ablesen der Spurbreiten wird hier daher nicht durchgeführt.

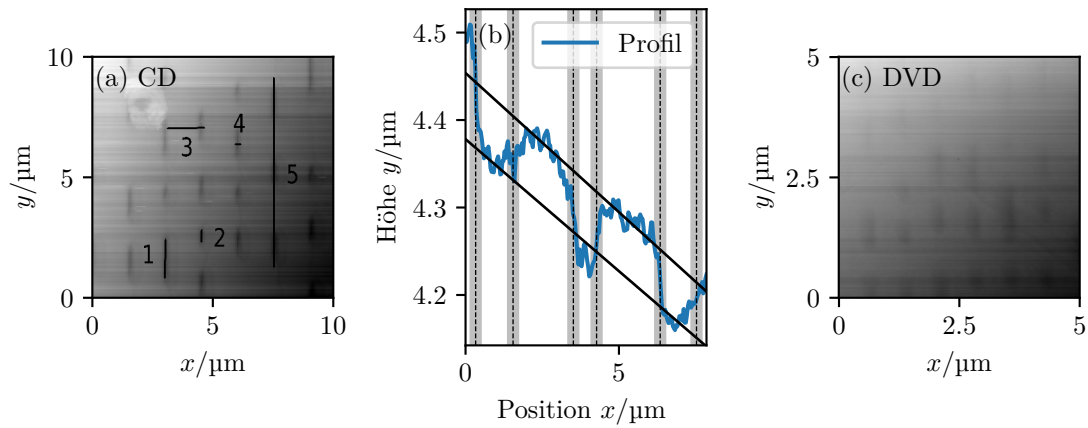


Abbildung 10: (a) AFM Aufnahme der CD mit eingezeichneten Längen: 1 maximale Pitlänge, 2 minimale Pitlänge, 3 Spurbabstand, 4 Spurbreite und 5 Profil, das in (b) gezeigt ist. (c) zeigt das AFM-Bild der DVD.

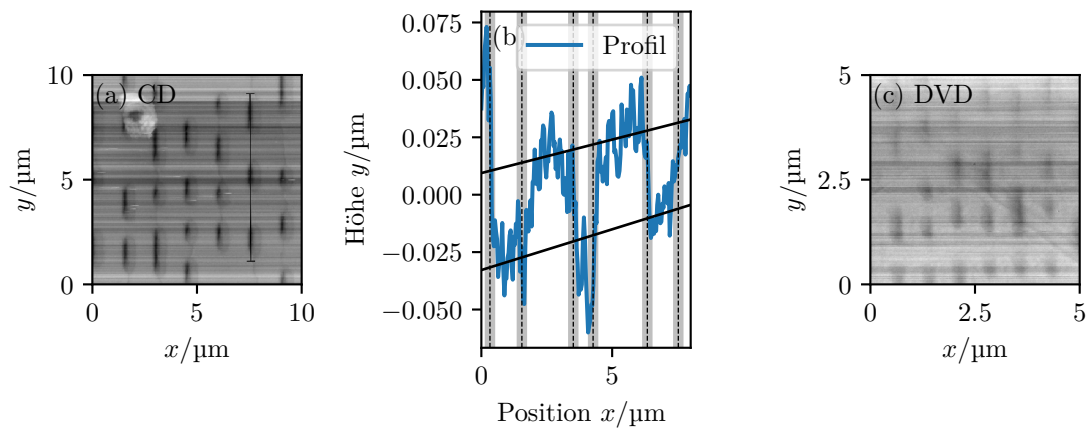


Abbildung 11: AFM Aufnahmen aus Abbildung 10 mit korrigiertem Höhengradienten mittels *gyddion*. (a) AFM Aufnahme der CD mit eingezeichnetem Profil, das in (b) gezeigt ist. (c) zeigt das AFM-Bild der DVD.

4.3 Kraft-Abstands-Kurven

Zur Berechnung der Kraft aus gemessenen Abständen, ist zunächst die Federkonstante des Cantilevers zu bestimmen. Diese kann aus seiner Geometrie und Elastizität gemäß

$$k = \frac{E b h^3}{4 l^3} \quad (14)$$

berechnet werden. Mit der Höhe $h = 2\mu\text{m}$, Breite $b = 50\mu\text{m}$, Länge $l = 450\mu\text{m}$ des Cantilevers, die aus dem Datenblatt [5] entnommen wurden, und dem Elastizitätsmodul von Silizium $E = 160\text{ GPa}$ [6] ergibt sich

$$k = 0,2 \frac{\text{N}}{\text{m}}. \quad (15)$$

Der Wert deckt sich mit Wert aus [5] und wird im Folgenden verwendet.

Abbildung 12 zeigt zum qualitativen Vergleich der drei aufgenommenen Kraft-Abstands-Kurven der Proben Edelstahl, DLC und Teflon. Der Name Kraft-Abstands-Kurve wird verwendet, obwohl in den Plots die Differenzspannung der Photodiode gegen das Spannungssignal des Piezos in z -Richtung aufgetragen ist. Die Spannung am Piezo wird, wie vom Hersteller in [3] vorgeschlagen, mit dem Faktor $20/75\mu\text{m}/\text{V}$ in die Ausdehnung des Piezos umgerechnet. Die Kurve von der Messung mit Edelstahl weicht im Maximalwert der Differenzspannung deutlich von den anderen beiden Kurven ab. Bei der Teflon-Kurve ist die Ruhelage weiter nach unten verschoben. Im Fall der DLC-Probe fällt auf, dass nach dem Pull-off eine Art Überspringen des Cantilevers über die Ruhelage stattfindet. Hierbei könnte es sich jedoch auch um wenige fehlerhafte Datenpunkte handeln. Zur Diskussion des generellen Verlaufs einer solchen Kurve, ist in Abbildung 13 die Kurve für Teflon vergrößert dargestellt und die relevanten Punkte und Bereiche sind beschriftet. Der Pull-off Punkt ist deutlich zu erkennen, während der Snap-in nicht stark ausgeprägt ist. Hierfür wird jeweils der Punkt vor dem Anstieg der Kurve beim Annähern von Spitze und Probe festgelegt. Zudem fällt auf, dass die Kurve beim Entfernen von Spitze und Probe im Bereich des Kontaktes oberhalb verläuft. Dies ist auf die Hysterese des Piezos zurückzuführen.

Zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls von Teflon werden die Bereiche rechts von dem Snap-in betrachtet. Diese Daten aus den drei Kurven sind in Abbildung 14 noch einmal aufgetragen, wobei der Ursprung jeweils in den Snap-in Punkt gelegt wurde. Die Daten sind jeweils nur bis zu einem gemeinsamen maximalen Verschiebungspunkt gezeichnet. Die beiden Kurven von Edelstahl und DLC überlagern sich gänzlich (siehe (c)), da beide Materialien undeformierbar sind. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Steigung der Geraden von Teflon geringer ist als die von DLC und Edelstahl, was auf das Eindringen der Spitze in die Probe zurückzuführen ist. Die Eindringtiefe am maximalen Verschiebungspunkt kann gewonnen werden, indem der horizontale Abstand der beiden Kurven in den Abbildungen 14 (a) und (b) gemessen wird. Die Eindringtiefe δ entspricht dem Abstand der beiden eingezeichneten vertikalen Linien. Es ergeben sich die Werte

$$(a): \delta \approx 0,13\mu\text{m} \quad \text{und} \quad (b): \delta \approx 0,070\mu\text{m}. \quad (16)$$

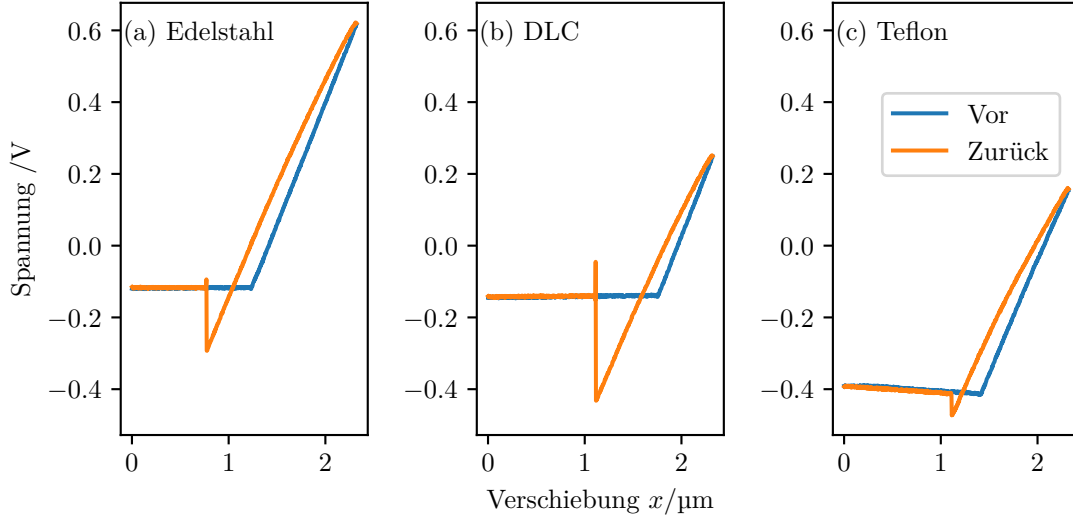


Abbildung 12: Vergleich der drei aufgenommenen Kraft-Distanz-Kurven von Edelmetall, DLC und Teflon.

Gemäß der Formel

$$E = \frac{k\pi(z - \delta)(1 - \nu^2)}{2 \tan(\alpha)\delta^2} \quad (17)$$

kann daraus (mit $\nu = 0,46$ und $\alpha = 10^\circ$) der Elastizitätsmodul E gewonnen werden:

$$(a): E \approx 120 \text{ MPa} \quad \text{und} \quad (b): E \approx 260 \text{ MPa}. \quad (18)$$

Die Werte weichen deutlich voneinander ab. In Quelle [7] ist der Wert

$$E_{\text{lit}} = 420 \text{ MPa} \quad (19)$$

zu finden. Die hier gemessenen Werte liegen also in der gleichen Größenordnung.

Abschließend kann die maximal wirkende Adhäsionskraft bestimmt werden. Hierzu wird der horizontale Abstand zwischen dem Pull-off und Snap-in mit der Federkonstante des Cantilevers multipliziert (gemäß des Hooke'schen Gesetzes). Für die drei Proben ergeben sich die folgenden Werte:

$$\begin{aligned} \text{Edelmetall: } F_{\text{adh}} &\approx 157 \text{ nN} \\ \text{DLC: } F_{\text{adh}} &\approx 219 \text{ nN} \\ \text{Teflon: } F_{\text{adh}} &\approx 100 \text{ nN}. \end{aligned} \quad (20)$$

Alle Werte liegen in der gleichen Größenordnung $\sim 100 \text{ nN}$. In Quelle [3] lässt sich für Edelmetall unter Verwendung einer gleichwertigen Spitze der Wert 75 nN finden. Äußere Einflüsse, wie vorherrschende Luftfeuchtigkeit, die Hysterese der Piezos oder der Spitzenradius können nicht quantifiziert werden. Da aber alle Werte mit der gleichen Spitze und in kurz aufeinander folgenden Zeiten gemessen wurden, kann zumindest davon ausgegangen werden, dass die Messwerte vergleichbar sind. Es lässt sich also feststellen, dass die Adhäsionskraft bei der DLC Probe am höchsten ist.

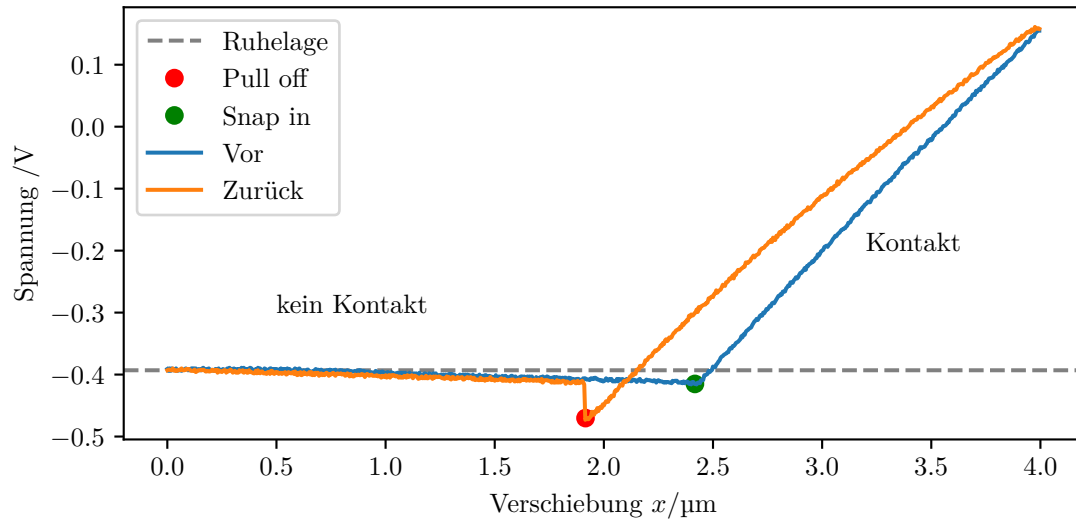


Abbildung 13: Kraft-Abstands-Kurve von Teflon mit Markierungen.

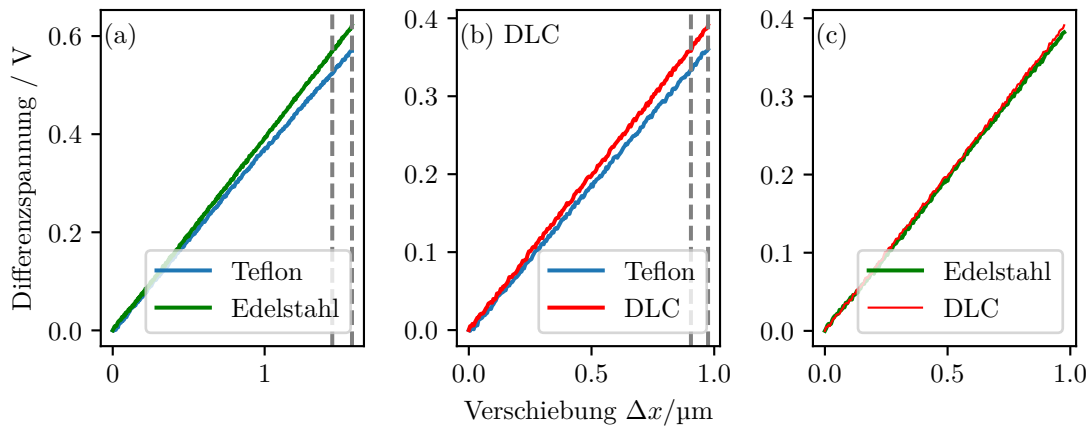


Abbildung 14: Vergleich der Kraft-Abstands-Kurven zur Bestimmung der Eindringtiefe des Cantilevers in die Teflon Probe. Es ist jeweils der lineare Kontaktbereich der Kraft-Abstands-Kurven dargestellt, wobei der Ursprung in den Snap-in-Punkt gelegt wurde. Die gestrichelten Linien in (a) und (b) markieren den horizontalen Abstand zwischen der Teflon- und der Edelstahl- bzw. DLC-Kurve bei der maximalen Differenzspannung der Teflon-Kurve.

5 Diskussion

Die Messungen an den Mikrostrukturen zeigen, dass diese hervorragend geeignet sind, die Apparatur auf mögliche Fehlerquellen zu untersuchen. Durch Profilmessungen entlang der beiden lateralen Achsen, können Asymmetrien festgestellt werden. Insbesondere die Betrachtung der Kreisstruktur eignet sich gut, um System-bedingte Verzerrungen zu veranschaulichen. Bereits bei der Messung der Mikrostrukturen, die wesentlich größer sind, als die später vermessenen Speicher-Disks, fällt auf, dass die Daten insbesondere in der y -Richtung stark verrauscht sind. Dies deutet auf eine deformierte Cantilever-Spitze hin. Es ist empfehlenswert anhand der Messungen an der Mikrostruktur zu entscheiden, ob die Spitze vor den weiteren Messungen gewechselt werden sollte. Zur genaueren Analyse der vorliegenden Spitzendeformation könnten noch feinere Strukturen verwendet werden.

Trotz der verminderten Auflösung konnten die relevanten Abmessungen einer CD gemessen werden und realistische Ergebnisse für die Speicherkapazität gewonnen werden. Zur ausreichend guten Auflösung einer DVD und Blu-Ray reichte die Qualität des Aufbaus nicht aus.

Auch zur Vermessung von elastischen Eigenschaften eignet sich der Aufbau, wie aus der Analyse der Kraft-Abstands-Kurven hervorgeht. Auch wenn z.B. die beiden bestimmten Werte des Elastizitätsmoduls deutlich voneinander abweichen, konnte zumindest die richtige Größenordnung bestimmt werden. Gleiches gilt für die Messung der auftretenden Adhäsionskräfte.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass der Aufbau durch seine leichte Handhabung sehr gut zur schnellen Untersuchung von Mikrostrukturen geeignet ist. In Kombination mit einer guten Cantilever-Spitze könnten vermutlich noch kleinere Strukturen ($\sim \text{nm}$) vermessen werden.

Literatur

- [1] B. Voigtländer. *Scanning Probe Microscopy*. Springer, 2015.
- [2] J. Laven und J.P.C. Vissers. „The Hamaker and the Lifshitz approaches for the Van der Waals interaction between particles of composite materials dispersed in a medium“. In: *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 152.3 (1999), S. 345–355. DOI: 10.1016/S0927-7757(98)00824-3.
- [3] URL: <https://www.thorlabs.de/drawings/ba668f3889f9d45e-8765970F-0070-060C-80C2BE50DE0C24CE/EDU-AFM1-GermanManual.pdf>.
- [4] URL: https://www.physik.uni-wuerzburg.de/fileadmin/physik-fpraktikum/_imported/fileadmin/11999999/AFM/The_Physics_of_the_Compact_Disc.pdf.
- [5] Budget Sensors. *Contact Mode AFM Probe*. URL: <https://www.budgetsensors.com/contact-mode-afm-probe-contact> (besucht am 28.04.2019).
- [6] URL: <https://www.calculand.com/einheiten-umrechnen/stoffe-liste.php?gruppe=Elastizit%C3%A4tsmodul+%28E%29%2C+E-Modul>.
- [7] URL: https://www.kern.de/de/technisches-datenblatt/polytetrafluorethylen-ptfe?n=1601_1.