

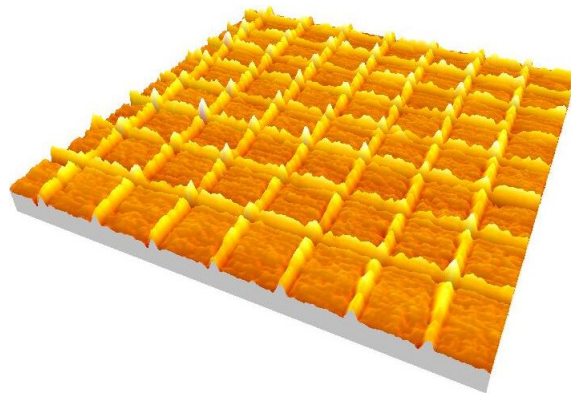
Versuch:

Rasterkraftmikroskopie

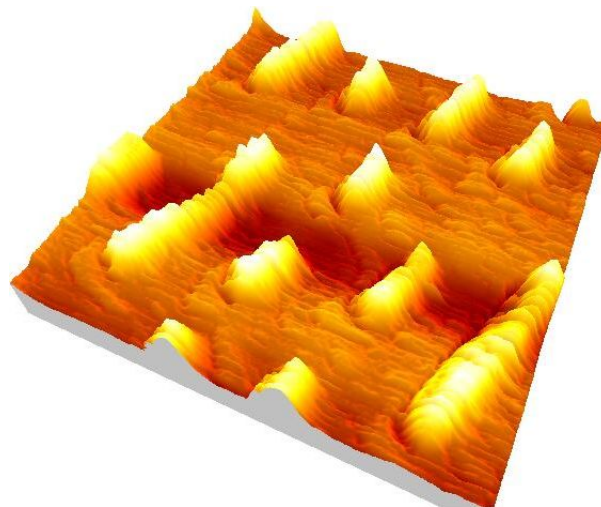
Versuchsdurchführung: Montag, 8. Januar 2007

Ziele des Versuchs

Der Versuch „Rasterkraftmikroskopie“ gibt einen Einblick in das relativ junge Gebiet der Abbildungstechnik im Nanometerbereich, die es ermöglicht, die Topographie einer Oberfläche auf atomarer Skala zu ermitteln. Dass für eine solch hohe Auflösung spezielle Techniken vonnöten sind, versteht sich von selbst - dementsprechend sind für den Versuch die Grundlagen zum piezoelektrischen Effekt und Methoden zur Detektion kleinster Kräfte vonnöten.



3D-Aufnahme des Liniengitters aus Aufgabe 2



3D-Aufnahme der CD aus Aufgabe 7

Inhaltsverzeichnis

1	Theoretische Grundlagen	3
1.1	Prinzip der Rastersondenmikroskopie	3
1.2	Rastertunnelmikroskopie	3
1.3	Rasterkraftmikroskopie	3
1.4	Auflösungsbegrenzungen	4
1.4.1	Optische Mikroskopie	4
1.4.2	Rasterkraftmikroskopie	4
1.5	Piezoelektrischer Effekt	5
1.5.1	Piezo-Materialien	5
1.5.2	Piezo-Scanner	5
1.6	Messung der Cantileverauslenkung	6
1.7	Kräfte zwischen Spitze und Oberfläche	7
1.7.1	Van-der-Waals (VdW)-Kräfte	7
1.7.2	Kapillarkräfte	7
1.7.3	Repulsive Kräfte	7
1.7.4	Adhäsionskräfte	7
1.7.5	Lennard-Jones-Potenzial	8
1.8	Contact Mode	8
1.8.1	Reibungskräfte (Lateralkräfte)	8
1.9	Non-Contact Mode	9
1.10	Kraft-Abstandskurven	10
2	Experimenteller Aufbau	11
3	Durchführung und Auswertung	11
3.1	Einfluss der Spitzengeometrie	11
3.1.1	Scanlinie in verschiedenen Fällen	11
3.1.2	Allgemeine Aussagen	12
3.2	Kreuzgitter	13
3.2.1	Messung	13
3.2.2	Einstellungen der Regelung	14
3.2.3	Regelqualität, Artefakte und Abbildungsfehler	15
3.2.4	Linienbreiten und -höhen	15
3.2.5	Kalibrierung	17
3.3	Diskussion Kraft-Abstandskurven	17
3.4	Federkonstante des Cantilevers	19
3.5	Kraft-Abstandskurve an einem Liniengitter	21
3.5.1	Kurve	21
3.5.2	Sensitivität und Auflagekraft	21
3.5.3	Maximale Adhäsionskraft zwischen Spitze und Oberfläche	23
3.5.4	Vergleich mit theoretischen Vorhersagen	23
3.6	Einfluss des Spitzenradius	24
3.7	Untersuchung einer CD	25
3.7.1	Messung	25
3.7.2	Lateralkraftaufnahmen	26
3.7.3	Vermessung der Pits, Spurbestand der Tracks	26
3.7.4	Theoretisch optimale Pit-Höhe	27
3.8	Probe mit unterschiedlicher Reibung - Gedankenexperiment	27
3.9	Vergleich der Lateralkraftaufnahmen von CD und Liniengitter	28
3.9.1	Gemeinsamkeiten	28
3.9.2	Unterschiede	28
3.9.3	Unterscheidung von Topographie- und Reibungsbildern	28

1 Theoretische Grundlagen

1.1 Prinzip der Rastersondenmikroskopie

Die Grundidee von Rastertunnel- und Rasterkraftmikroskopie ist die folgende: eine Sonde, also ein möglichst kleiner Sensor, misst an ihrer Position die gewünschte physikalische Eigenschaft (z.B. Tunnelstrom, atomare Anziehung, Magnetfelder etc.). Um nun ein Abbild der gesamten Probe zu bekommen, muss man die quasi „punktförmige“ Sonde zeilenweise über die Probenoberfläche führen, die Fläche also „rastern“ bzw. „scannen“. Speichert man nun jeweils x- und y-Koordinate und den dazugehörigen Messwert, so erhält man eine orts aufgelöste „Karte“ der gemessenen Eigenschaft. Allgemein nennt man dieses Verfahren **Rastersondenmikroskopie**.

Ein Problem ist natürlich, die Sonde richtig zu positionieren, denn für eine atomare Auflösung muss die Sonde im Angströmbereich exakt bewegt werden können. Hierbei macht man sich den piezoelektrischen Effekt zu nutze, also die Tatsache, dass sich die Größe bestimmter Kristalle beim Anlegen einer Spannung ändert.

1.2 Rastertunnelmikroskopie

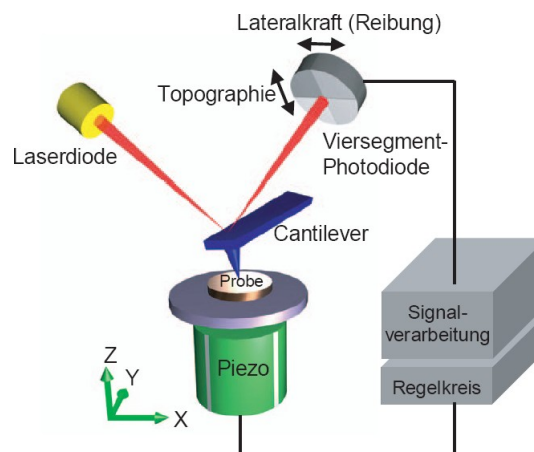
Die Rastertunnelmikroskopie ist nur zur Untersuchung leitfähiger Oberflächen geeignet. Dies liegt daran, dass die Messgröße der Tunnelstrom zwischen Sondenspitze und Probenoberfläche ist. Dieser lässt sich aber nur durch Anlegen einer Vorspannung U_T zwischen Probe und Sonde erzeugen, was bei nicht leitfähigen Materialien selbstverständlich nicht möglich ist. Es gibt zwei Verfahren der Rastertunnelmikroskopie:

- **constant current**: der Tunnelstrom (exponentiell abhängig von der Distanz Spitze - Oberfläche, also ein relativ feines Maß für den Abstand) wird durch Nachregeln der Höhe der Sonde konstant gehalten. Die Sonde fährt also direkt die Topographie der Probe ab.
- Eine andere Möglichkeit ist es, die Höhe der Sonde beizubehalten und die Änderung des Tunnelstroms aufzunehmen, um daraus auf das Höhenprofil der Oberfläche zu schließen.

In diesem Versuch arbeiten wir allerdings mit einem Rasterkraftmikroskop, das den Vorteil hat, auch nicht leitende Proben untersuchen zu können.

1.3 Rasterkraftmikroskopie

Messgröße an der Sonde ist beim Rasterkraftmikroskop nicht der Tunnelstrom, sondern die direkte Kraftwechselwirkung zwischen Spitze und Probenoberfläche, auf die wir später noch näher eingehen möchten. Dies erfordert eine besondere Anordnung: die feine Spitze (tip) ist an einer Blattfeder, dem sogenannten Cantilever, angebracht. Beim Abfahren der Oberfläche verbiegt die Probe den Cantilever entsprechend ihrer Struktur - und diese Verbiegung wird z.B. per Laser ausgemessen. Schema des Rasterkraftmikroskops aus der Vorbereitungshilfe:



Je nach zu untersuchender Probe sind verschiedene Spitzen-Cantilever-Konfigurationen erforderlich. So variiert z.B. die typische Länge eines Cantilever zwischen 10 und $500\mu m$, die Dicke zwischen 0,5 und $7,5\mu m$ und die Federkonstante zwischen 0,01 und $100\frac{N}{m}$.

- Um auch kleine Kraftwechselwirkungen feststellen zu können, ist ein „weicher“ Cantilever, also ein Cantilever mit kleiner Federkonstanten nötig.
- Ein kleiner Spitzenradius ($\sim 5\text{ nm}$) ergibt eine hohe Auflösung.
- Um auch „Löcher“ mit kleinem Durchmesser zu erfassen, ist ein großes Aspektverhältnis, d.h. ein kleiner Öffnungswinkel der Spitze wichtig.

Trotzdem muss die Stabilität der Spitze gewährleistet sein. In der Praxis verwendet man zur Herstellung von Cantilever und Spitze meist einkristallines Silizium, Siliziumnitrid, Metalle und Diamant sowie neuerdings Kohlenstoff-Nanoröhrchen, die auf eine konventionelle Siliziumspitze aufgebracht werden.

1.4 Auflösungsbegrenzungen

1.4.1 Optische Mikroskopie

Nach den Überlegungen von Ernst Abbe ist der kleinste Abstand x_{min} , der mit einem optischen Mikroskop aufgelöst werden kann, durch folgende Formel gegeben:

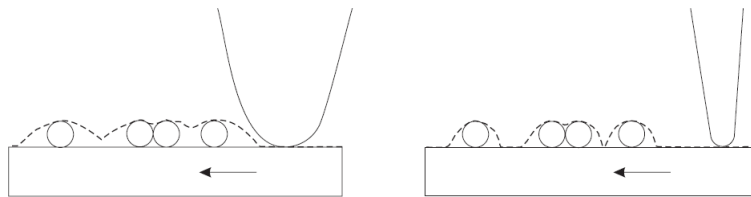
$$x_{min} = \frac{\lambda}{n \cdot \sin \phi} \quad (1)$$

- λ : Wellenlänge des verwendeten Lichts
- n : Brechungsindex
- $\sin \phi$: Numerische Aperatur des Mikroskops

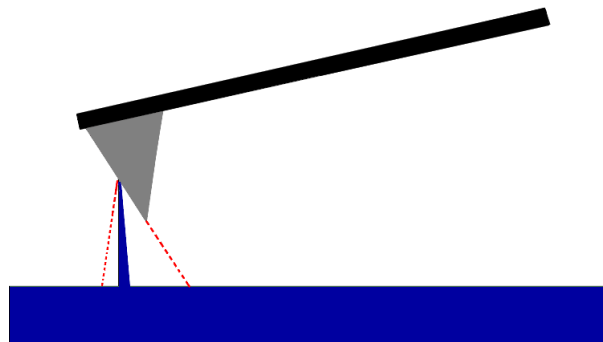
Das Auflösungsvermögen hängt also in erster Linie von der Wellenlänge λ des verwendeten Lichts ab.

1.4.2 Rasterkraftmikroskopie

Die Auflösung eines Rasterkraftmikroskops hängt vor allem vom Spitzenradius und dem Aspektverhältnis (Öffnungswinkel) der Spitze ab. Strukturen können nur dann aufgelöst werden, wenn deren Radius bzw. Abstand größer ist als der Spitzenradius, was anschaulich mit dieser Skizze aus der Vorbereitungshilfe sofort klar wird:



Im Extremfall eines Deltapeaks auf der Oberfläche erhält man die um 180° gedrehte Abbildung der Spitze, da die Sonde an der Erhebung „hängen bleibt“. Die nicht ideale Spitze verbreitert also unser Meßsignal.



Geometrische Effekte, die das Meßergebnis verfälschen, heißen **Spitzenartefakte**. Beschädigungen und Verschmutzungen der Spitze führen zu Spitzenartefakten, die zu Fehlinterpretationen der Messung führen können. Da Artefakte immer im gleichen Winkel auftreten, lassen sie sich durch einen zweiten Scan der Probe unter einem anderen Drehwinkel aufdecken, da die Artefakte dann an anderer Stelle erscheinen.

1.5 Piezoelektrischer Effekt

Wie eingangs erwähnt ist die exakte Bewegung der Spitze eine der Herausforderungen der Rasterkraftmikroskopie, was mittels Piezomaterialien gelöst wird. Um allerdings auch größere Bewegungen für einen Probenwechsel zu ermöglichen, erfolgt die Positionierung der Sonde zweistufig:

- Grobverstellung mittels Mikrometerschrauben oder Schrittmotoren
- Feinverstellung per piezoelektrischem Effekt

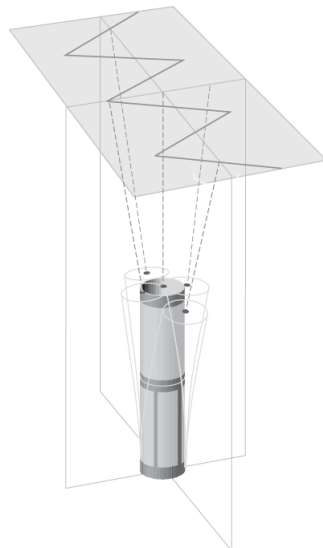
1.5.1 Piezo-Materialien

Als Piezo-Materialien kommen Kristalle mit ausgerichtetem elektrischem Dipolmoment in Frage, z.B. eine ferroelektrische Keramik aus $Ba_xTi_yO_z$. Um die Dipole auszurichten, erhitzt man das Material auf ca. $200^\circ C$ und legt eine Spannung an - auch beim Abkühlen bleibt dann die Ausrichtung der Dipole erhalten. Übt man auf ein derartiges Material mechanischen Druck aus, so verschieben sich die Ladungsschwerpunkte - ein elektrischer Dipol bildet sich aus, der als Spannung wahrgenommen wird. Bei der Rastersondenmikroskopie nutzt man den inversen Effekt: das Anlegen einer Spannung an ein Piezo-Material führt im Umkehrschluss zu einer (relativ geringen) Deformation des Kristalls. Auf diese Weise lässt sich also mittels einer elektrischen Spannung eine sehr kleine Längenänderung vornehmen.

Allerdings geht die Ausrichtung der Dipolmomente des Kristalls mit der Zeit verloren, so dass eine regelmäßige Kalibrierung des Scanners erforderlich ist. Außerdem ist zu beachten, dass manche piezoelektrischen Materialien einen „creep“ aufweisen, d.h. dass die Längenänderung nicht sofort nach einer Änderung der angelegten Spannung erfolgt, sondern erst mit zeitlicher Verzögerung. Des weiteren kann keineswegs davon ausgegangen werden, dass sich die Länge des Piezo-Materials linear mit der Spannung ändert, was ebenfalls bei der Kalibrierung zu berücksichtigen ist.

1.5.2 Piezo-Scanner

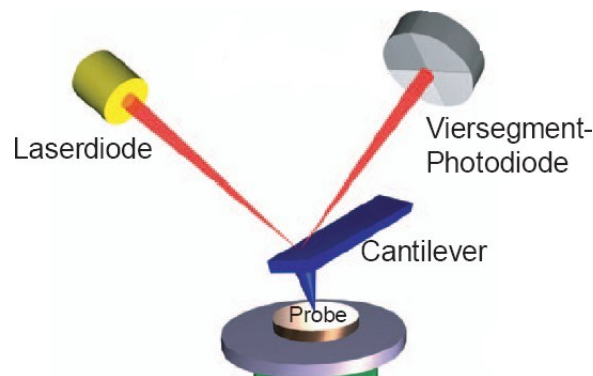
Konkret verwendet man im Rasterkraftmikroskop ein Scannerröhrchen. Das ist eine Röhre aus piezoelektrischem Material, die außen mit vier Metallelektroden und einer Ringelektrode auf der Innenseite versehen ist. Zur Verbiegung des Scannerröhrchens in eine bestimmte x-y-Richtung legt man eine Spannung an zwei gegenüberliegende Elektroden an. Für eine Verschiebung in z-Richtung ist eine Spannung sowohl an der Ringelektrode als auch an den vier Außenelektroden erforderlich.



1.6 Messung der Cantileverauslenkung

Da die Cantilever-Verbiegung ebenfalls auf atomarer Skala liegt, muss auch bei ihrer Messung eine sehr exakte Methode Anwendung finden. Folgende Möglichkeiten werden in Rasterkraftmikroskopen genutzt:

- **Messung per Tunnelstrom:** Zwischen Cantilever und einer Tunnelspitze legt man eine Spannung an, so dass man bei hinreichend kleiner Entfernung der beiden Bauteile einen Tunnelstrom registrieren kann. Wie beim Rastertunnelmikroskop ist auch hier der Tunnelstrom ein Maß für den Abstand zwischen gebogenem Cantilever und fester Tunnelspitze, so dass man auf diese Weise die Bewegungen des Cantilevers registrieren kann. Nachteil dieser Methode ist allerdings die nötige frische Goldbedampfung der Cantileverrückseite kurz vor der Versuchsdurchführung und der notwendigerweise kleine Abstand zwischen Cantilever und Referenz-Tunnelspitze. Größere Unebenheiten in der Struktur können deshalb nicht aufgenommen werden.
- **Kapazitive Messung:** Hierbei nutzt man die Tatsache aus, dass die Kapazität zweier Elektroden von ihrem Abstand abhängt. Man muss also lediglich eine Gegenelektrode über dem Cantilever anbringen, die Verbiegung des Cantilevers ändert dann den Abstand zwischen Cantilever und Gegenelektrode. Damit ändert sich die Kapazität des Systems „Gegenelektrode + Cantilever“, was leicht messbar ist.
- **Optische Messung:** Besonders elegant ist es, die Cantilever-Verbiegung optisch zu registrieren. Hierbei gibt es zwei Möglichkeiten:
 - **laser beam deflection:** Ein Laserstrahl trifft auf den Cantilever und wird genau so reflektiert, dass er direkt auf den Mittelpunkt einer Viersegment-Fotodiode trifft, falls der Cantilever nicht ausgelenkt ist. Alle vier Segmente werden also gleich stark beleuchtet, wenn sich der Cantilever in Ruhelage befindet. Eine Verbiegung des Cantilevers führt nun dazu, dass auf die oberen bzw. unteren Segmente der Fotodiode mehr Licht fällt, die Differenzspannung Top-Bottom (T-B) ist demnach ein Maß für die Höhenänderung. Entsprechend schlägt sich eine Querverbiegung des Cantilevers in einer Differenzspannung Left-Right (L-R) der rechten und linken Fotozellen nieder - diese Methode erlaubt also nicht nur die Messung der z-Koordinate, sondern auch die Aufzeichnung der beim Scannen auftretenden Lateralkräfte.



- **Interferometrische Methode:** Ein Laserstrahl wird auf den Cantilever gerichtet und mit einem Referenzstrahl zur Interferenz gebracht. Da Phasendifferenz und Interferenzintensität vom Abstand abhängen, lässt sich aus ihnen auf die Cantileverauslenkung schließen. Diese Vorgehensweise findet vor allem bei Ultrahochvakuum-Rasterkraftmikroskopen Verwendung, da sich in der Nähe des Cantilevers nur ein einziger Lichtleiter befinden muss, während die Messgeräte auch außerhalb des Vakuumbereichs aufgebaut werden können.
- **Piezo-Materialien:** Baut man den Cantilever selbst aus Piezo-Material auf, so kann man die Verbiegung direkt messen. Bei einer Verbiegung des Cantilevers entsteht nämlich wie oben beschrieben eine Spannung, falls der Cantilever aus piezoelektrischem Material besteht. Und diese Spannung kann direkt gemessen werden und ist ein Maß für die Cantileververbiegung. Auch

piezoresistive Materialien können für den Cantilever verwendet werden: bei diesem Material ändert sich bei mechanischen Spannungen der elektrische Widerstand, der sich ja bekanntermaßen ebenfalls leicht messen lässt.

1.7 Kräfte zwischen Spitze und Oberfläche

1.7.1 Van-der-Waals (VdW)-Kräfte

Van-der-Waals-Kräfte sind die dominierende Wechselwirkung bei nichtmagnetischen und elektrisch neutralen Molekülen im Abstand von 0,1 bis 10 nm. Es handelt sich hierbei um i.d.R. anziehende Dipol-Dipol-Wechselwirkungen, die sich wie folgt einteilen lassen:

- Polarisationsbeiträge: Wechselwirkung zwischen polaren Molekülen, also Molekülen mit permanentem Dipolmoment
- Induzierte Dipolwechselwirkungen: polare Moleküle induzieren Dipole in unpolaren Molekülen
- Dispersionswechselwirkungen zwischen dipolfreien Molekülen: die Elektronendichte ist nicht statisch, weshalb sich auch in unpolaren Molekülen kurzzeitig „Dipole“ ergeben können

Da sich die Situation nicht als Zweiteilchenproblem vereinfachen lässt, muss zur Berechnung der Kraft die sogenannte Hamakerintegration angewandt werden. Als Ergebnis erhält man für die Van-der-Waals-Kraft auf eine Kugel mit Radius r , die sich im Abstand z über einer glatten Oberfläche befindet:

$$F_{VdW}(z) = -\frac{H \cdot r}{6 \cdot z^2} \quad (2)$$

Hierbei ist H die vom Material abhängige Hamakerkonstante, die in diesem Fall als konstant angenommen wird.

1.7.2 Kapillarkräfte

Auf der Probe befindet sich gewöhnlich ein mehrere Nanometer dicker Wasserfilm, die sogenannte Adsorbatschicht. Berühren sich Probe und Sonde, so kann sich ein Meniskus (Wölbung in der Oberfläche einer Flüssigkeit) ausbilden, der eine zusätzliche anziehende Kraft auf die Spitze ausübt. Nach oben abschätzen kann man diese Kapillarkräfte mit:

$$F_{Kapillar, max} = -4\pi \cdot R \cdot \sigma \quad (3)$$

- R : Spitzenradius
- σ : Oberflächenspannung des Adsorbats, bei Wasser $\sigma = 0,074 \frac{N}{m}$

Kapillarkräfte sind langreichweitig, lassen sich allerdings dadurch vermeiden, dass die Messung im Vakuum durchgeführt wird.

1.7.3 Repulsive Kräfte

Das Pauli-Prinzip besagt, dass keine zwei Elektronen den gleichen Quantenzustand annehmen dürfen. Nähern sich Spitze und Probe soweit an, dass sich die Elektronenorbitale der äußersten Atome überlappen, ändert sich der Quantenzustand einiger Elektronen - sie erhalten eine höhere potenzielle Energie, um das Pauli-Prinzip nicht zu verletzen. Bei der Rasterkraftmikroskopie geht man von einer durch das geänderte Potenzial bedingten Kraft $\propto \frac{1}{z^{12}}$ aus. Die Reichweite dieser Kraft ist also sehr gering, wengleich ihre Stärke bei kleinen Abständen Van-der-Waals- und Kapillarkräfte deutlich übersteigen kann.

1.7.4 Adhäsionskräfte

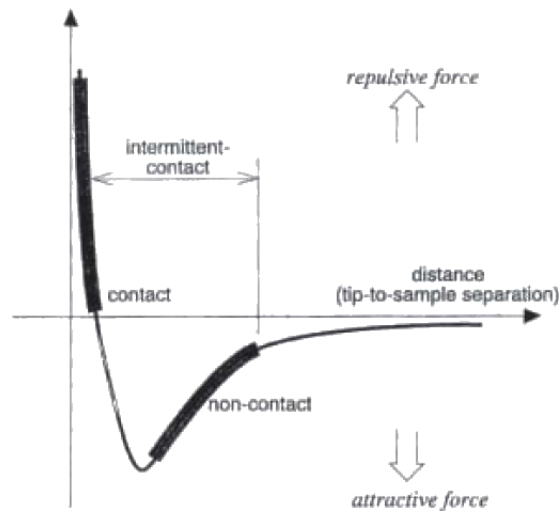
Adhäsionskräfte treten nur bei Metallen, in der Rasterkraftmikroskopie also bei metallbedampften Spitzen und metallischen Proben auf. Adhäsion liegt vor, wenn sich bei starker Annäherung zweier Metalle die Wellenfunktionen der beteiligten Atome überlappen oder gar Elektronen ausgetauscht werden.

1.7.5 Lennard-Jones-Potenzial

Anziehende und abstoßende Kräfte lassen sich im Lennard-Jones-Potenzial zusammenfassen:

$$V(z) = 4 \cdot \varepsilon \cdot \left\{ \left(\frac{\sigma}{z} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{z} \right)^6 \right\} \quad (4)$$

ε und σ sind empirische Konstanten. Dementsprechend sieht das Lennard-Jones-Potenzial folgendermaßen aus (Grafik aus der Vorbereitungshilfe):



1.8 Contact Mode

Im „Contact Mode“ berührt die Spitze des Cantilevers die Probenoberfläche. Beim Abrastern ändert sich die Verbiegung des Cantilevers mit dem Höhenprofil der Oberfläche, was mit den Methoden aus 1.6 registriert werden kann. In unserem Fall findet die „laser beam deflection“ Anwendung. Wie beim Rastertunnelmikroskop gibt es zwei Modi, um das Höhenprofil zu ermitteln:

- **constant height mode:** Die Höhe der Spitze über der Probe wird nicht nachgeregelt. Das T-B-Differenzsignal, das ja die Verbiegung des Cantilevers aufzeichnet, entspricht also direkt der Oberflächenstruktur. Nachteil dieser Methode ist, dass bei großen Topographieänderungen der Cantilever überlastet wird und abbrechen kann.
- **constant force mode:** Die Höhenverstellung des Scanners wird so nachgeregelt, dass der Cantilever nicht verbogen wird. Das T-B-Differenzsignal wird also durch eine Anpassung der z-Koordinate der Spitze konstant gehalten. Dementsprechend befindet sich der Cantilever immer im gleichen Abstand zur Oberfläche, seine z-Position wird aufgezeichnet und ergibt die Topographie der Probe. Da dank der Nachregelung immer die gleiche Kraft auf die Spitze wirkt, heißt diese Vorgehensweise „constant force mode“. Vorteil ist, dass sich die Belastungen der Spitze in Grenzen halten, ein Abbrechen ist nicht zu befürchten.

1.8.1 Reibungskräfte (Lateralkräfte)

Beim Abrastern im Contact Mode erhält man allerdings nicht ein vollkommen ideales Abbild der Topographie der Probe, denn: Reibungskräfte bei der Bewegung der Spitze über die Probe führen zu einer Torsion des Cantilevers, die sich auch in den Messergebnissen (es wird ja die „Verbiegung“ des Cantilevers gemessen) niederschlägt. In 1.6 haben wir bereits begründet, dass mit der „laser beam reflection“-Methode eine Messung dieser Lateralkräfte möglich ist, und zwar gleichzeitig zur Messung der Topographie. Es ist allerdings zu beachten, dass Normalkräfte (T-B-Messung) und Reibungskräfte (L-R-Messung) nicht vollkommen unabhängig voneinander sind - es kommt zu einem „Übersprechen“ der beiden Kräfte.

Um nun Reibungs- und Topographieeffekte voneinander zu unterscheiden, führt man einen Scan in Vorwärts- und in Rückwärtsrichtung durch. Da sich in diesem Fall die Torsion des Cantilevers umdreht,

erhält man für die Reibungseffekte eine Hystereseschleife, während Topographieeffekte unverändert bleiben. Dann lässt sich aus dem Abstand der L-R-Signale bei Vorwärts- und Rückwärts-Scan die Größe der Reibungskraft bestimmen:

$$F_t = \frac{3}{2} \cdot c_t \cdot \frac{h + \frac{t}{2}}{l} \cdot S \cdot \Delta U_{L-R} \quad (5)$$

- S : Sensitivität des Photodetektors in $\frac{nm}{V}$
- ΔU_{L-R} : Reibungsdifferenzsignal
- h : Höhe der Spitze
- $c_t = \frac{G \cdot w \cdot t^3}{3 \cdot (h + \frac{t}{2})^2 \cdot l}$: Torsionsfederkonstante
- w : Breite des Cantilevers (als rechteckig angenommen)
- l : Länge des Cantilevers
- t : Dicke des Cantilevers
- G : Schermodul des Materials (für Silizium: $G = 0,5 \cdot 10^{-11}$ Pa)

1.9 Non-Contact Mode

Beim Contact Mode „kratzt“ die Spitze an der Oberfläche der Probe entlang, was zu Beschädigungen an ihr oder an der Oberfläche führen kann. Die Messung im Non-Contact Mode ist weniger belastend: der Cantilever wird mit Hilfe eines Piezo-Kristalls, an den eine Wechselspannung angelegt wird, zu Schwingungen in seiner Eigenfrequenz angeregt. Nähert man den schwingenden Cantilever einer Probe an, so lässt sich noch VOR der Berührung der Spitze mit der Probe aufgrund der Wechselwirkungen eine Änderung der effektiven Federkonstanten feststellen, die sich in einer geänderten Resonanzfrequenz und Schwingungsamplitude niederschlägt. Die Federkonstante k wird zu $k_{eff} = k - \frac{\partial F}{\partial z}$, womit sich eine Resonanzfrequenz von

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k - \frac{\partial F}{\partial z}}{m}} \quad (6)$$

gegenüber $\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}$ ergibt. Die Frequenzverschiebung ist:

$$\Delta\omega_0 = -\frac{\omega_0}{2k} \cdot \frac{\partial F}{\partial z} \quad (7)$$

Wenn man beim Rastern die z-Koordinate so nachregelt, dass die Amplitude konstant bleibt, ergibt der Verlauf der z-Position die Topographie der Probe - und das ohne direkte Berührung von Spitze und Oberfläche! Vorteilhaft ist also, dass Spitze und Oberfläche intakt bleiben, außerdem treten aufgrund der Oszillation keine störenden Kapillarkräfte auf. Auch die anderen Reibungskräfte werden dank der Oszillation kaum wahrgenommen, sie können jedoch mit dieser Methode auch nicht gemessen werden. Allerdings ist dieses Verfahren sehr anfällig gegenüber einer Störung der Schwingung von außen, was sich aber durch hohe Federkonstanten (z.B. ~ 300 kHz liegt weit über Schallschwingungen und Materialvibrationen) vermeiden lässt. Prinzipiell ist die Messung langsamer und weniger genau als im Contact Mode.

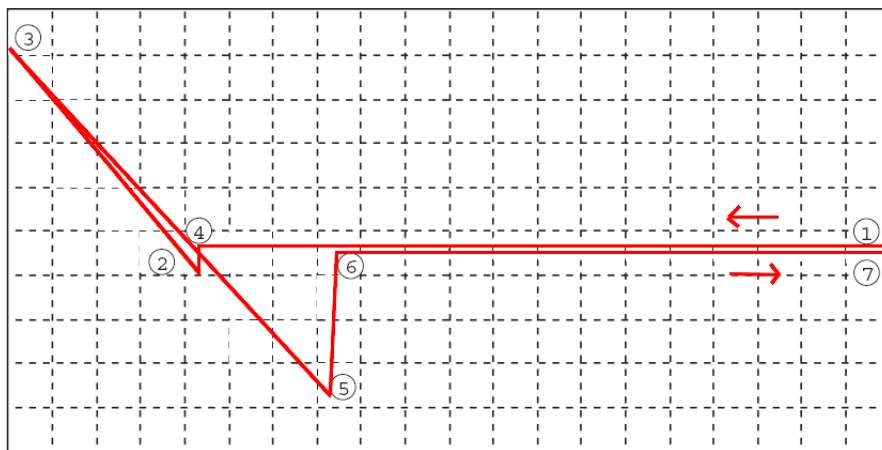
1.10 Kraft-Abstandskurven

Eine Kraft-Abstandskurve erhält man, indem man die Spitze langsam der Probe annähert und nach dem Kontakt wieder wegbewegt, während man die Verbiegung des Cantilevers aufzeichnet. Die Normalkraft lässt sich aus dem Differenzsignal U_{T-B} der Fotodiode bestimmen:

$$F_n = c_n \cdot S \cdot \Delta U_{T-B} \quad (8)$$

- $c_n = \frac{E \cdot w \cdot t^3}{4 \cdot l^3}$: normale Federkonstante des Cantilevers
- S : Sensitivität des Photodetektors in $\frac{nm}{V}$
- w : Breite des Cantilevers (als rechteckig angenommen)
- l : Länge des Cantilevers
- t : Dicke des Cantilevers
- E : Elastizitätsmodul

Im Versuch erwarten wir eine folgende Kraft-Abstandskurve:



1. Abstand groß, keine Verbiegung des Cantilevers
2. „snap in“, „jump to contact“: anziehende Kräfte übersteigen die Rückstellkraft des Cantilevers, so dass dieser schlagartig auf die Oberfläche gezogen wird. Bei weiterer Annäherung an die Oberfläche (der Kontakt ist hergestellt) wird nun die Spitze nach oben verbogen, da dann die repulsiven Kräfte zwischen Spitze und Oberfläche überwiegen
3. Maximale Kraft, ab hier wird der Cantilever wieder von der Probe wegbewegt.
4. Cantilever befindet sich in Ruhelage, repulsive und attraktive Kräfte gleichen sich aus. Trotz weiterer Vergrößerung des Abstands bleibt die Spitze dank anziehender Kräfte in Kontakt mit der Oberfläche, auch über den „snap in“ (2) hinaus.
5. „snap off“: Die Rückstellkräfte des Cantilevers überwiegen, so dass sich die Spitze sprunghaft von der Oberfläche löst.
6. Der Abstand ist groß genug, so dass ab jetzt keine Verbiegung des Cantilevers mehr festgestellt werden kann.

Die Hysterese zwischen „snap in“ und „snap off“ ist im wesentlichen durch Kapillarkräfte bedingt und dementsprechend im Ultrahochvakuum viel schwächer ausgeprägt.

2 Experimenteller Aufbau

Am Meßplatz standen folgende Geräte bereits voll verschaltet bereit:

- Rasterkraftmikroskop
- Regelungselektronik zur Steuerung des Schrittmotors bei der Justierung, Einstellung von Verstärkungen und Tiltkorrektur bei einer Schräglage der Probe
- Schwingungsdämpfungstisch zur Minimierung mechanischer Einflüsse auf die Messung
- Aluminiumhaube zur Abschirmung von akustischen und optischen Störungen
- Oszilloskope, auf denen die verschiedenen Signale der Fotodiode angezeigt werden
- PC mit Meßsoftware

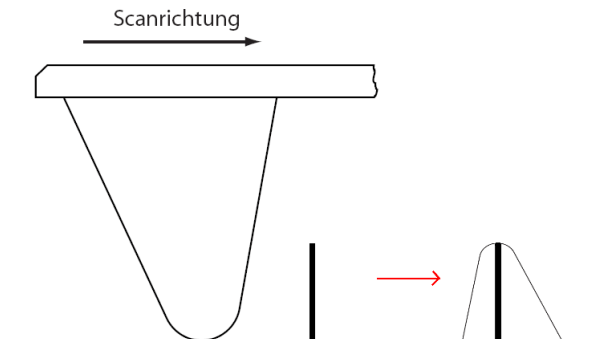
Per Computer ließen sich die Parameter des Regelkreises zur Steuerung des Scannerröhrchens einstellen. Schon während der Aufzeichnung konnte so das entstehende Bild auf mögliche Fehler hin überprüft werden. Angesichts der Empfindlichkeit der Apparatur führte die schwierigsten Justagearbeiten der Praktikumsbetreuer durch, wobei die Kalibrierung des Lasers zu Übungszwecken von uns vorgenommen wurde.

3 Durchführung und Auswertung

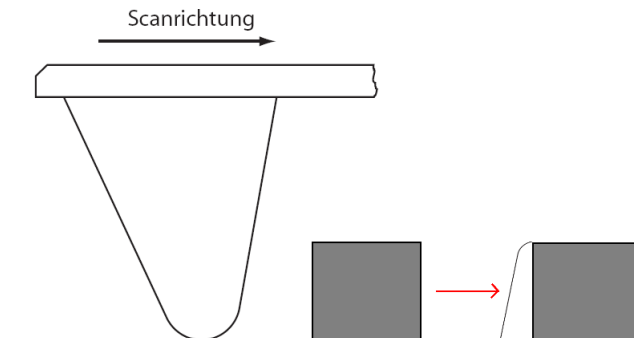
3.1 Einfluss der Spitzengeometrie

3.1.1 Scanlinie in verschiedenen Fällen

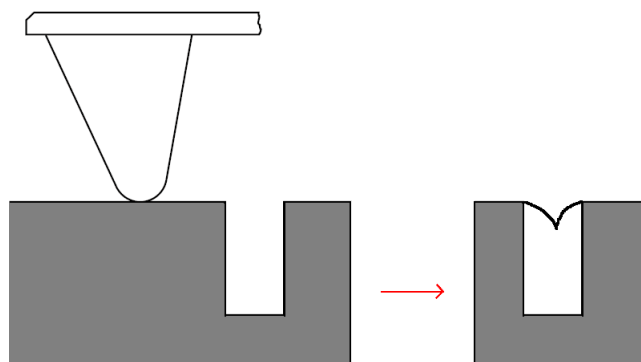
- a) Ein Deltapeak ergibt, wie bereits in den theoretischen Grundlagen erwähnt, die um 180° gedrehte Spitze als Abbild.



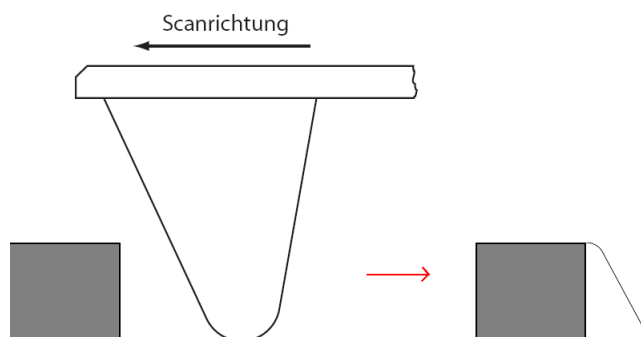
- b) Auch hier ist es nicht möglich, mit einer ausgedehnten Spitze die Kante scharf darzustellen. Im Topographiebild findet man die um 180° gedrehte rechte Seite der Spitze.



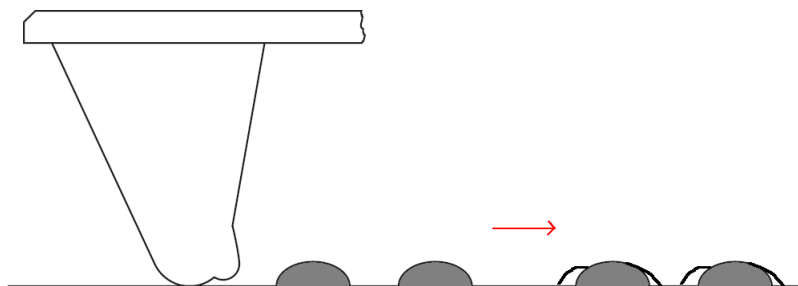
- c) Die Spitze ist zu breit, um ganz in den Spalt hineinfallen zu können, so dass der Spalt im Bild nur als kleine Senke erscheint. Mit einer feineren Spitze ließe sich der Spalt evtl. auflösen, wobei dann eine erhöhte Bruchgefahr für den Cantilever besteht.



- d) Wie in b) ergibt sich an einer scharfen Kante das inverse Abbild der dem Objekt zugewandten Spitzenseite. In diesem Fall ist dies die linke Seite, so dass im Bild die Kante stärker abgeschrägt erscheint als in Situation b).



- e) Das Spitzenartefakt stößt früher an an die Oberflächendetails als die eigentliche Spitze. Dementsprechend ergeben sich zusätzlich Erhebungen auf dem Topographiebild.



3.1.2 Allgemeine Aussagen

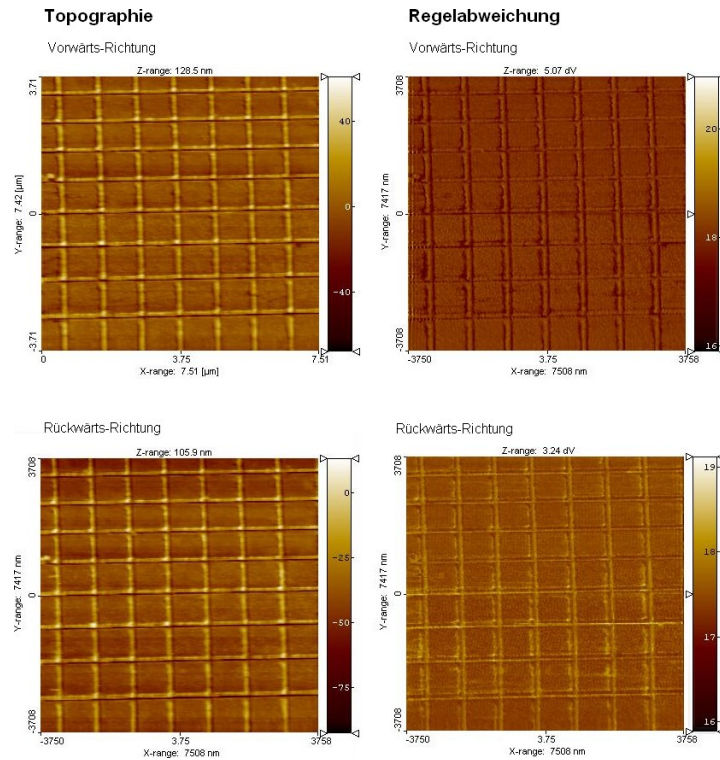
- Die nicht optimal deltaförmige Spitze verbreitert alle Strukturen der Probe. Das gemessene Signal ist demnach eine „Faltung“ aus Oberflächenstruktur und Spitzengeometrie. Je ausgedehnter und „runder“ eine Spitze ist, desto ausgedehnter erscheinen auch Oberflächendetails.
- Bei Spitzenartefakten, also Fehlern in der Geometrie der Spitze wie in e), erscheinen falsche Strukturen im Topographiebild. Da diese immer im gleichen Winkel auftreten (schließlich bleibt die Geometrie der Spitze ja gleich), erscheinen sie nach dem Drehen der Probe an anderer Stelle, wodurch sie identifizierbar werden. Ein Ändern der Meßrichtung (vorwärts / rückwärts) liefert keinen Hinweis auf Spitzenartefakte, da die „Faltung“ zwischen Oberfläche und Spitze nicht richtungsabhängig ist und deshalb das gleiche Bild herauskommen sollte.
- Um eine Spitze zu überprüfen, misst man also mit dem Rasterkraftmikroskop eine bereits bekannte Oberfläche (z.B. Gitter o.ä.) in verschiedenen Drehwinkeln aus und vergleicht anschließend die Topographiebilder.

3.2 Kreuzgitter

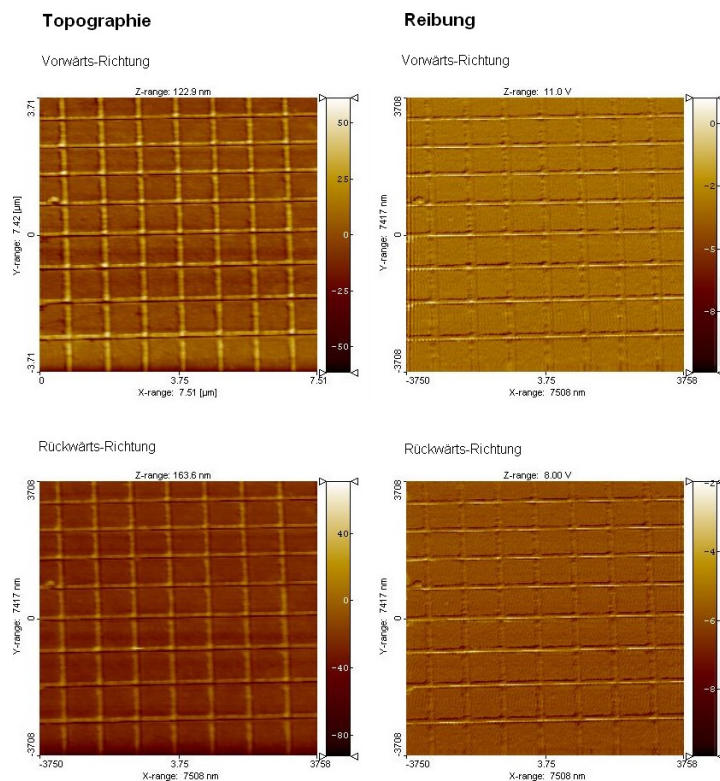
3.2.1 Messung

Nachdem der Praktikumsbetreuer das Kreuzgitter in das Rasterkraftmikroskop eingesetzt hatte, änderten wir während eines ersten Scans die verschiedenen Parameter, um ihre Auswirkung auf das Ergebnis zu dokumentieren. Nachdem wir einigermaßen vernünftige Einstellungen gefunden hatten (Diskussion siehe nächster Abschnitt), nahmen wir in den verschiedenen Modi folgende Bilder auf:

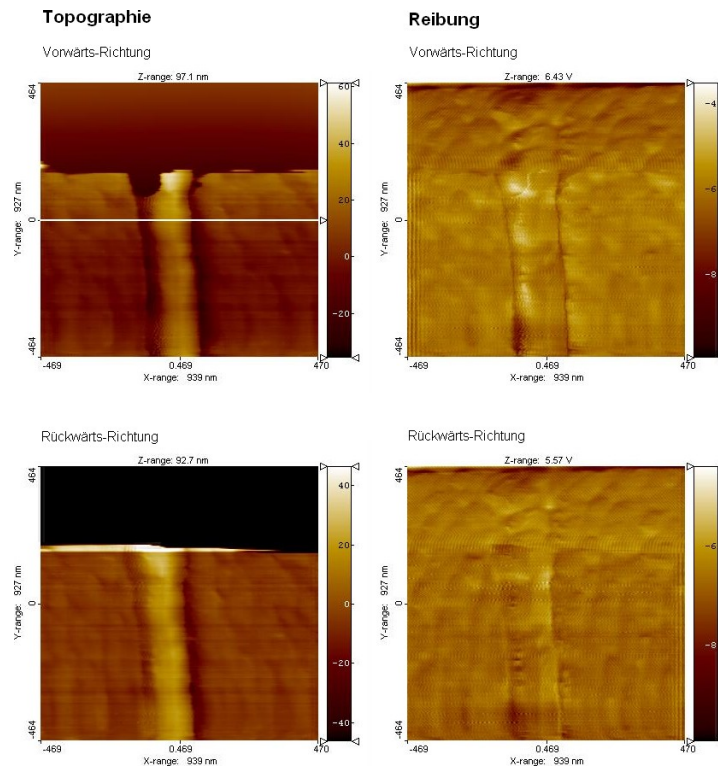
- Topographie und Regelabweichung



- Topographie und Reibung



- Topographie und Reibung (kleinere ScanRange, also „herangezoomt“)



Da wir in diesem Fall ein Kreuz- und kein Liniengitter vermessen haben, konnten wir auf das in der Aufgabenstellung eigentlich geforderte Messen in den Scanwinkeln 0° und 90° verzichten. Stattdessen haben wir allerdings zusätzlich noch das obige dritte Bild gerastert, wo wir einen kleinen Ausschnitt des ursprünglichen Scans noch einmal vergrößert dargestellt haben.

3.2.2 Einstellungen der Regelung

Wir wählten folgende Einstellungen für unsere Messung - die festgestellten Auswirkungen des jeweiligen Werts seien gleich mit erwähnt:

- Setpoint: 19 dV
- Samples: 256
- P-Gain: 13, I-Gain: 11 (hohe P- und I-Werte führen zu störenden Schwingungen, während niedrige Einstellungen ein weniger deutliches Signal liefern - es gilt also einen Wert in der Mitte als Kompromiss einzustellen)
- Time / line: 1,696s (je höher diese Wert, desto langsamer ist die Messung - dies hat aber den Vorteil eines „saubereren, schärferen“ Bilds)
- Z-Range: 186 nm (sollte groß genug gewählt sein, damit die Spitze der Probe folgen kann)
- ScanRange: 7,5 μm (gibt den Scanbereich an. Diese Einstellung wurde in der dritten Messung kleiner gewählt [ScanRange = 0,938 μm], um „heran zu zoomen“, also einen kleineren Ausschnitt detaillierter darzustellen)
- Rotation: 90° (in unserem Fall wegen der Verwendung eines Kreuzgitters beibehalten, s.o.)

3.2.3 Regelqualität, Artefakte und Abbildungsfehler

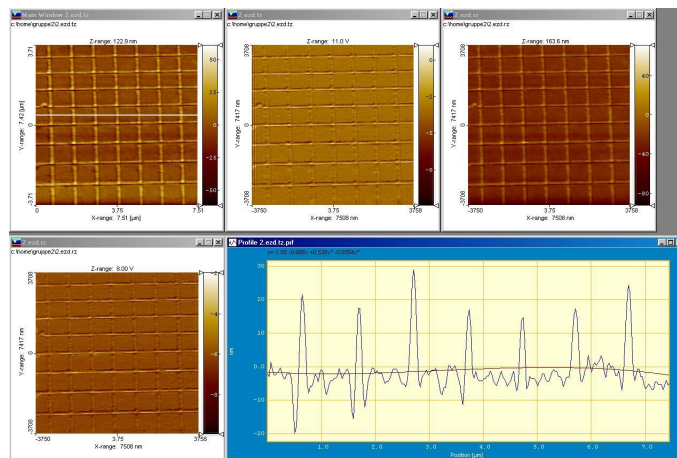
Wie in 3.2.2 bereits angedeutet, lässt sich für langsame Messungen (Time / line hoch) ein besseres Bild erzeugen. Die Regelqualität musste so gewählt werden, dass keine störende Schwingung auftrat, aber auch ein vernünftig verstärktes Bild sichtbar wurde. Größere Artefakte sind nicht erkennbar. Der Fleck ganz am linken Rand könnte von einer Verunreinigung der Probe herrühren, da er in allen Messungen auftaucht.

Beim genauen Hinsehen erkennt man, dass die **vertikalen** Kanten der Topographie des Gitters durch dunklere, d.h. tiefere Bereiche als das „Normalniveau“ der Probe abgegrenzt werden. Dabei ist ein Abbildungsfehler zu vermuten - beim „Anstieg“ an der Grenze zur Erhöhung wirken hohe Reibungskräfte, was sich ja auch im Reibungsbild zeigt. Diese Lateralkräfte sprechen auf das Topographiebild über, so dass wir dort fälschlicherweise eine Vertiefung sehen können (besonders deutlich die schwarzen Bereiche im 3. Scan mit kleinerer ScanRange). Das „Hinabrutschen“ der Spitze auf der Probe auf der anderen Seite des Gitters hat ähnliche Auswirkungen. Die Betrachtung von Vorwärts- und Rückwärtsscan bietet die Möglichkeit, derartige Fehler - deren Auftreten ja von der Richtung des Scans abhängt - zu entdecken.

Diese „Schatten“-Effekte sind allerdings nur auf dem herangezoomten Bild deutlich auszumachen. Der größte Abbildungsfehler der Aufnahmen ist aber die hohe Reibung auf den dünnen **horizontalen** Stegen, die beim Scan (die Bilder wurden von unten nach oben aufgebaut, also bewegte sich der Scanner immer von rechts nach links) in voller Länge vom Cantilever „entlanggerutscht“ wurden. Im Reibungsbild haben wir hier sogar weiße Bereiche, also Gebiete extremer Reibung! Ein Übersprechen auf die Topographie ist daher mehr als wahrscheinlich, und tatsächlich: die horizontalen Stege sind nicht durchgehend heller (höher) als die Probenfläche, wie sie es eigentlich sein müssten, sondern haben quer dunkelbraune, also sehr tiefe Bereiche. Bei den braunen Querstreifen der Topographiebilder auf den Stegen des Kreuzgitters handelt es sich also abermals um ein Übersprechen der Reibung auf die Topographie, also einen Abbildungsfehler. Im 3. Bild wird dies auf extreme Weise deutlich: bei der kleinen ScanRange wird das Topographiesignal auf dem horizontalen Steg oben überhaupt nicht mehr dargestellt, eine durchgehend braune oder gar schwarze Fläche deutet auf einen schwerwiegenden Fehler hin.

3.2.4 Linienbreiten und -höhen

Mit Hilfe der Scansoftware bestimmten wir die Maße des Gitters: Gitterabstand in x-Richtung (waagrecht), Gitterabstand in y-Richtung (senkrecht) und Höhe (z-Richtung). Dabei ist zu berücksichtigen: Beim genauen Hinsehen stellt man fest, dass das Gitter nicht direkt senkrecht auf dem Bildschirm erscheint, sondern leicht gedreht. Gemessen haben wir im folgenden Messfenster aber immer die Struktur parallel zur x-Achse des Bildschirms (weiße Linie im Scan = Struktur im blauen Fenster).



Korrigieren lassen sich z.B. unsere x-Werte (horizontaler Gitterabstand) also wie folgt:

- Das Scanprogramm liefert das Höhenprofil bezogen auf eine Waagerechte, also x_{mess} in der nachfolgenden Skizze
- Da das Scanprogramm das Ausmessen von Winkeln erlaubt, kann man den Winkel α zwischen Gitterlinien und x_{mess} bestimmen
- Es gilt dann: $\cos \alpha = \frac{x_{mess}}{x}$, womit wir für den tatsächlichen Gitterabstand x erhalten:

$$x = \frac{x_{mess}}{\cos \alpha} \quad (9)$$



Da in unserem Fall der Winkel α sehr klein ist (gemessen $\sim 1^\circ$), wollen wir im Folgenden auf eine derartige Korrektur verzichten. Zur Minimierung des Fehlers haben wir mehrere Messungen vorgenommen und jeweils den Gesamtabstand möglichst vieler Kästchen bestimmt:

Anzahl Kästchen	Messwert [μm]	Breite eines Kästchens [μm]
6	6,04	1,0067
6	6,04	1,0067
5	5,03	1,0060
6	6,07	1,0117
6	6,07	1,0117

Aus diesen Werten errechnet sich folgender Mittelwert für den Gitterabstand in x-Richtung:

$$b_x = (1,0085 \pm 0,0029)\mu m \quad (10)$$

Der Fehler ist in diesem Fall die Standardabweichung des Mittelwerts, der mittels folgender allgemeiner Formel berechnet wurde:

$$\sigma = \frac{1}{\sqrt{n(n-1)}} \sqrt{\sum_{i=1}^n (\bar{x} - x_i)^2}. \quad (11)$$

In vertikaler Richtung erhalten wir:

Anzahl Kästchen	Messwert [μm]	Breite eines Kästchens [μm]
6	4,89	0,8150
5	4,01	0,8020
5	4,19	0,8380
5	4,16	0,8320
6	5,12	0,8533

Damit lautet unser Messergebnis:

$$b_y = (0,8281 \pm 0,0200)\mu m \quad (12)$$

Die Höhe des Gitters haben wir ebenfalls mit Hilfe des Scanprogramms bestimmt, wobei wir hierfür zwei Reihen ausgewertet und dementsprechend viele Messwerte haben:

Höhe h [nm]	Höhe h [nm]
22,7	22,8
19,4	13,5
18,2	25,2
17,6	19,1
27,4	27,7
20,1	26,7
17,0	16,8

Aufgrund der Streuung erhalten wir für den Mittelwert eine recht große Abweichung:

$$h = (21,0 \pm 4,5) \text{ nm} \quad (13)$$

Verglichen mit den Herstellungsdaten des Gitters ($1\mu\text{m} \times 1\mu\text{m}$, Höhe $(40 \pm 2) \text{ nm}$ [vom Betreuer per E-Mail mitgeteilt]) liegen wir mit unserem Ergebnis für den Gitterabstand recht nah am korrekten Wert, wenngleich sich das tatsächliche Ergebnis leider immer noch außerhalb unseres Toleranzbereichs befindet. Dies ließe sich durch die Betrachtung systematischer Fehler - was angesichts eines solch komplexen Versuchs natürlich große Schwierigkeiten birgt - evtl. noch verbessern. Die um den Faktor 2 zu kleine Höhe des Kreuzgitters ist für uns ohne weiteres nicht erklärbar, vielleicht handelt es sich bei dem von uns ausgemessenen Kreuzgitters doch um ein Gitter mit Höhen von $\sim 20 \text{ nm}$ (was unserem Messwert entsprechen würde), wie die Beschreibung der Proben in der Vorbereitungshilfe suggeriert. Oder die Kalibrierung des Systems war nicht optimal, so dass eine Korrektur nötig wäre - allerdings kommt in Aufgabe 8 ohne Korrektur ein sehr guter Wert für die Pit-Höhe einer CD heraus, so dass die Höhenkalibrierung eigentlich richtig eingestellt gewesen sein müsste.

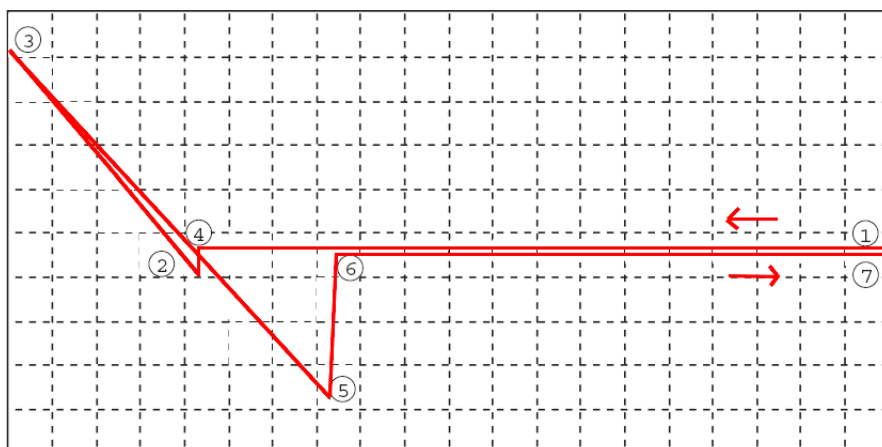
3.2.5 Kalibrierung

- Nutzt man nur einen Korrekturfaktor pro Auslenkungsrichtung zur Kalibrierung, so kann man nur lineare Fehler korrigieren. Für komplexere Zusammenhänge und eine wirklich exakte Messung ist die Bestimmung mehrerer Korrekturfaktoren nötig.
- Wie in der Vorbereitung bereits erwähnt, geht die Ausrichtung der Dipolmomente des Kristalls (die ja für den Piezo-Effekt verantwortlich ist) mit der Zeit verloren. Deshalb ist eine Nachkalibrierung des Scannerröhrchens von Zeit zu Zeit erforderlich.

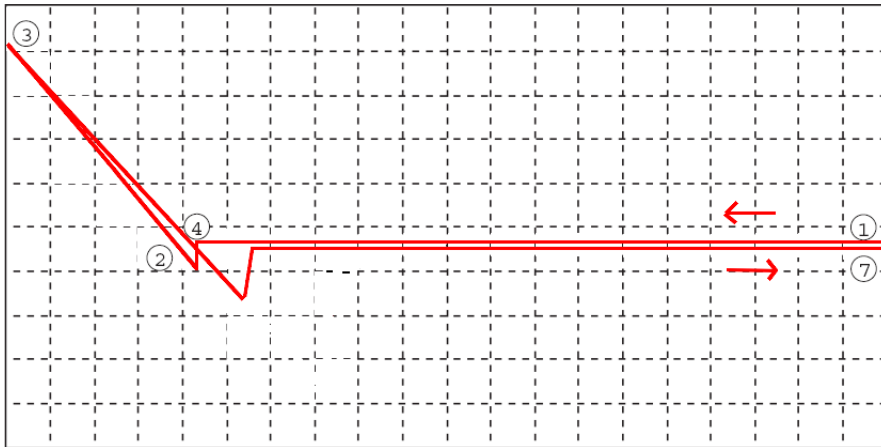
3.3 Diskussion Kraft-Abstandskurven

In 1.10 haben wir bereits das Zustandekommen einer Kraft-Abstandskurve diskutiert. In diesem Aufgabenteil möchten wir Überlegungen anstellen, wie sich diese Kurve unter verschiedenen Versuchsbedingungen ändern müsste:

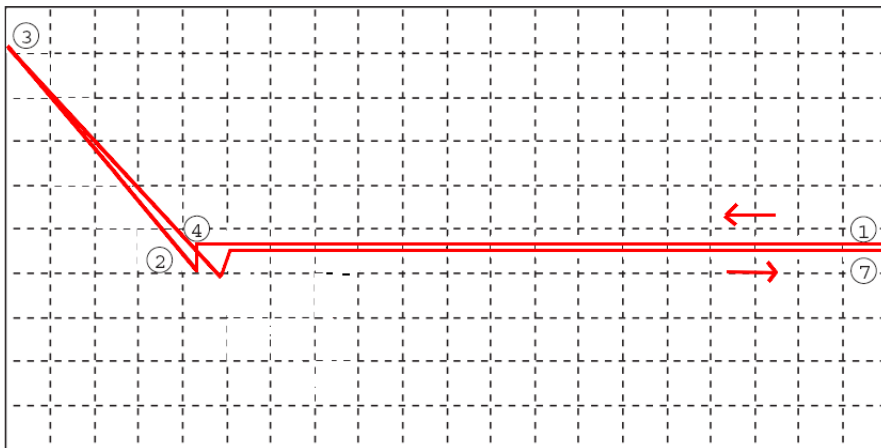
- Bei Messungen an der **Luft** findet man an der Probenoberfläche die Adsorbatschicht, einen dünnen Wasserfilm. Hierdurch treten die in der Theorie bereits diskutierten Kapillarkräfte auf, die beim Wegbewegen des Cantilevers von der Probe (zweiter Teil der Kraft-Abstandskurve) folgende Auswirkung haben: die Kapillarkräfte wirken der Cantilever-Bewegung entgegen, anschaulich gesprochen versuchen sie die Spitze noch an der Oberfläche zu „halten“. Der „snap off“, also das sprunghafte Lösen von der Probe, erfolgt später, also erst bei größerem Abstand von der Probenoberfläche als der „snap in“, auf den die Kapillarkräfte keine Auswirkung haben:



- Im **Ultrahochvakuum** gibt es keine oder nur wenige Wassermoleküle, deshalb finden wir auf der Probenoberfläche auch keine größere Adsorbatschicht vor. Die Kapillarkräfte sollten sehr viel schwächer sein, was zur Folge hat, dass „snap in“ und „snap off“ näher beieinander liegen:



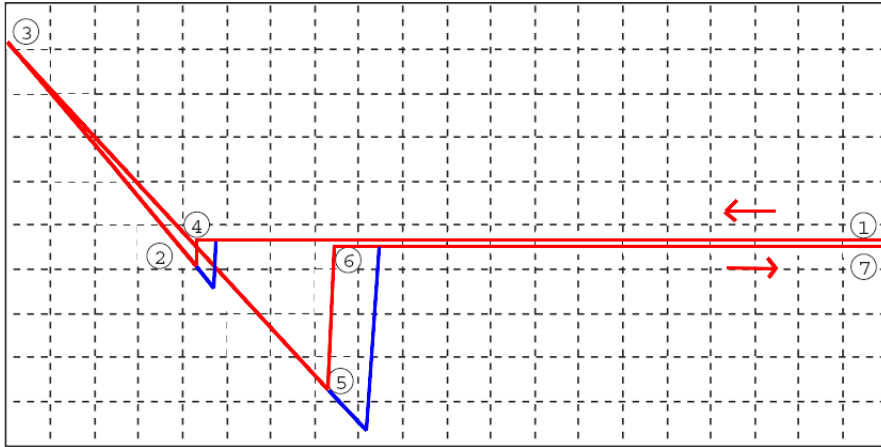
- Bei einer Messung in **Flüssigkeiten** treten keine Kapillarkräfte auf, da sich keine Adsorbatschicht ausbilden kann. „snap in“ und „snap off“ sollten daher weitgehend zusammenfallen:



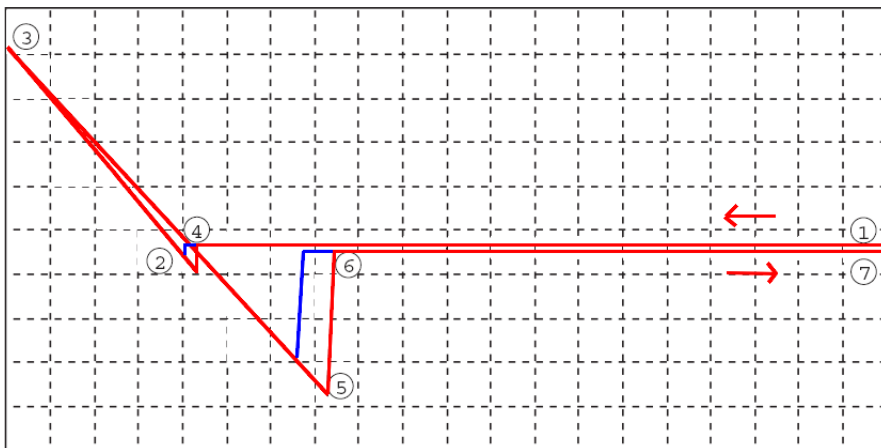
- Die Untersuchung einer **weichen Probe** dürfte folgendes Ergebnis liefern: ab dem „snap in“, wenn die Spitze also in Kontakt mit der Probe kommt, verläuft das Schaubild nicht wie gewohnt linear, da die Spitze die Probe deformiert und wir nicht die reine, lineare Federverbiegung registrieren. Die Deformationsarbeit, die die Spitze dabei leistet, taucht im Kraft-Abstandsdiagramm als Hysterese zwischen den Kurven der beiden Richtungen (Hin- und Zurückbewegung) auf (orange schraffiert):



- Verwendet man einen Cantilever mit **weicher Federkonstanten**, so setzt dieser den in der Vorbereitung diskutierten Kräften zwischen Spitze und Probenoberfläche weniger Widerstand entgegen: der „snap in“ erfolgt deshalb früher (also in größerem Abstand zur Probe), der „snap off“ tritt ebenfalls in größerem Abstand zur Probe auf, da die Wechselwirkungen länger der Federkraft überwiegen:



- Mit einer **harten Federkonstanten** des Cantilevers erhält man den umgekehrten Effekt: der „snap in“ kommt verspätet, während der „snap off“ früher auftritt, da die stärkere Federkraft früher die Kapillar- und anderen Kräfte übersteigt.



3.4 Federkonstante des Cantilevers

In der Vorbereitung haben wir folgende Beziehung für die Federkonstante hergeleitet:

$$c_n = \frac{E \cdot w \cdot t^3}{4 \cdot l^3} \quad (14)$$

Der von uns eingesetzte Cantilever (Typ „B“, da wir den mittleren der drei Cantilever verwendeten) hat hierbei folgende Daten:

- $w = (35 \pm 3)\mu\text{m}$: Breite des Cantilevers (als rechteckig angenommen)
- $l = (350 \pm 5)\mu\text{m}$: Länge des Cantilevers
- $t = (2,0 \pm 0,3)\mu\text{m}$: Dicke des Cantilevers
- $E = 1,69 \cdot 10^{11} \frac{\text{N}}{\text{m}^2}$: Elastizitätsmodul

Setzt man diese Werte in Formel (14) ein, so beträgt die Federkonstante des Cantilevers:

$$c_n = 0,276 \frac{\text{N}}{\text{m}} \quad (15)$$

In diesen Wert gehen natürlich die Unsicherheiten der Ausgangsgrößen ein. Allgemein lautet die Formel der Gauß'schen Fehlerfortpflanzung für eine Funktion $f(x, y)$:

$$\sigma_f = \sqrt{\sigma_x^2 \left(\frac{\partial f}{\partial x}\right)^2 + \sigma_y^2 \left(\frac{\partial f}{\partial y}\right)^2} \quad (16)$$

In unserem Fall gilt nach (16) also für den Fehler von c_n (E sei als korrekt angenommen):

$$\sigma_{c_n} = \sqrt{\sigma_w^2 \left(\frac{\partial c_n}{\partial w}\right)^2 + \sigma_t^2 \left(\frac{\partial c_n}{\partial t}\right)^2 + \sigma_l^2 \left(\frac{\partial c_n}{\partial l}\right)^2} \quad (17)$$

$$= \sqrt{\sigma_w^2 \left(\frac{E \cdot t^3}{4 \cdot l^3}\right)^2 + \sigma_t^2 \left(\frac{E \cdot w \cdot 3 \cdot t^2}{4 \cdot l^3}\right)^2 + \sigma_l^2 \left(\frac{(-3) \cdot E \cdot w \cdot t^3}{4 \cdot l^4}\right)^2} \quad (18)$$

$$= 0,127 \frac{N}{m} \quad (19)$$

Insgesamt erhalten wir eine Federkonstante von:

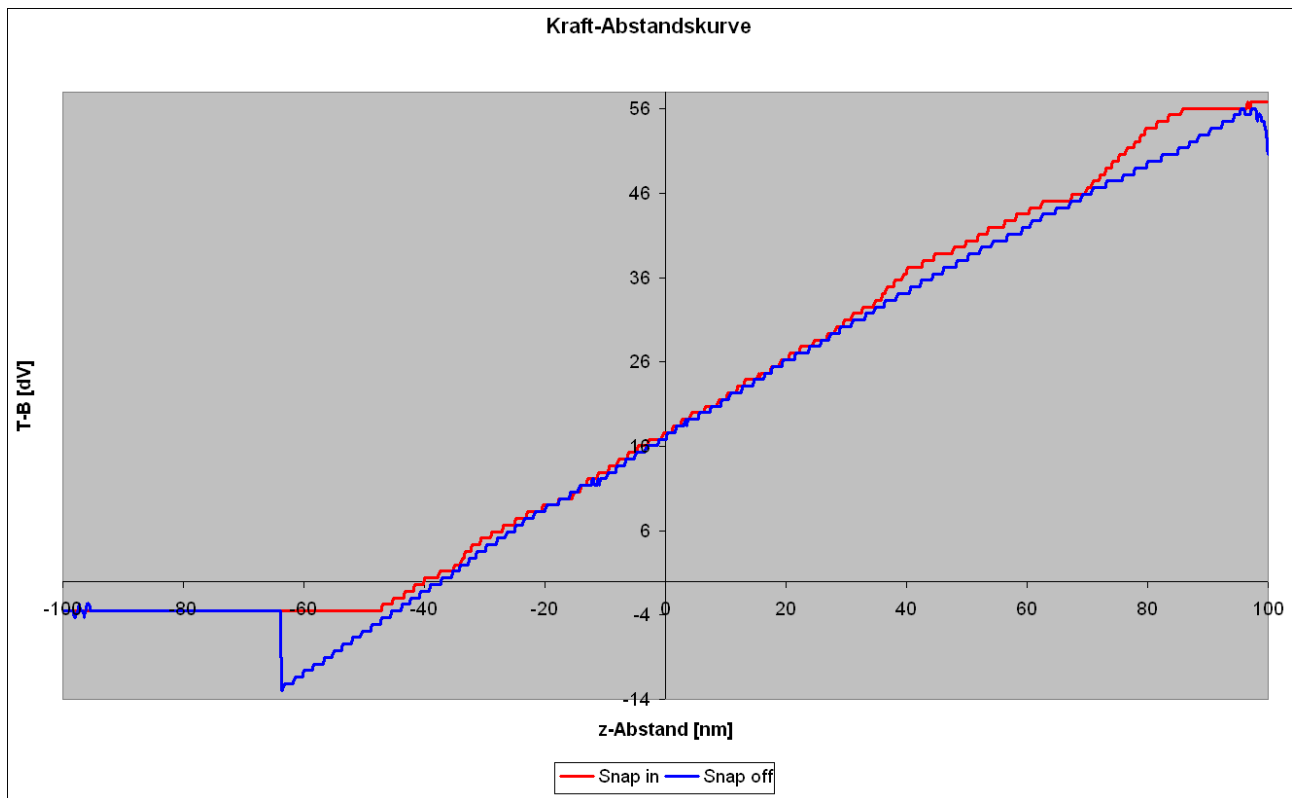
$$c_n = (0,276 \pm 0,127) \frac{N}{m} \quad (20)$$

Die Fehler der Ausgangsgrößen wirken sich demnach relativ stark aus. Von der Herstellerfirma wird eine Federkonstante von $\sim 0,3 \frac{N}{m}$ angegeben, so dass unsere Berechnungen die Realität recht gut approximieren.

3.5 Kraft-Abstandskurve an einem Liniengitter

3.5.1 Kurve

Mittels Spektroskopiemodus zeichnen wir folgende Kraft-Abstandskurve für die Annäherung des Cantilevers an eine Probe aus Gold auf:



Die rote Kurve stellt die Kraft auf den Cantilever bei Annäherung an die Probe dar. Wie theoretisch erwartet tut sich so lange nichts, bis die Spitze die Probe berührt, ab dann erhalten wir einen linearen Verlauf der Kurve. Ein „snap in“, also springen des Kopfes zur Probe lässt sich in unserer Messung leider nicht feststellen, die Kraft steigt gleich linear an. Die Position des „snap in“-Punktes ist aber klar: dort, wo die rote Kurve ihre Steigung abrupt ändert, bei ca. -47 nm.

Beim Wegbewegen (blaue Kurve) biegt sich der Cantilever zurück, deshalb zunächst der lineare Verlauf. Aufgrund der Kapillarkräfte (schließlich haben wir nicht im Vakuum oder in einer Flüssigkeit gemessen) haftet der Cantilever auch über den „snap in“-Punkt hinaus an der Probe. Erst in größerer Entfernung (bei ca. -63 nm) tritt der „snap off“ ein, der Cantilever bewegt sich schlagartig wieder in seine Ruhelage.

3.5.2 Sensitivität und Auflagekraft

Im Theorieteil hatten wir bereits die Sensitivität eines Fotodetektors eingeführt. Sie hat die Einheit $\frac{nm}{V}$, also Länge durch Spannung. Da unsere Kraft-Abstandskurve gerade eine Spannung (nämlich die durch die Verbiegung verursachte unterschiedliche Beleuchtung zweier Photodioden) mit dem Abstand Spitze-Oberfläche in Bezug setzt, ist anschaulich sofort klar, dass der Kehrwert der Steigung dieses Diagramms einen Wert für die Sensitivität des Photodetektors liefern muss. Selbstverständlich dürfen hier nur die Bereiche betrachtet werden, in denen eine Verbiegung des Cantilevers aufgetreten ist, also zwischen „snap in“ und „snap off“. Da hier (bei harten Proben) eine lineare Kurve zu erwarten ist, lässt sich die Steigung per linearer Regression leicht bestimmen. Natürlich erhalten wir zwei Werte, einen für die Hin- und einen für die Wegbewegung. Als effektive Sensitivität nehmen wir den Mittelwert dieser beiden Werte an.

Im Fehlerskript zum Physikalischen Anfängerpraktikum wurde gezeigt, wie man die Steigung einer Ausgleichsgeraden berechnet:

$$m = \frac{N \cdot (\sum x_i y_i) - (\sum x_i) \cdot (\sum y_i)}{N \cdot (\sum x_i^2) - (\sum x_i)^2} \quad (21)$$

Hierbei entsprechen den folgenden Größen:

- N : Anzahl der Messungen
- y_i : y-Werte, in diesem Fall die T-B-Spannung
- x_i : x-Werte, in diesem Fall der Abstand z , in dem gemessen wurde

Für den y-Achsenabschnitt b gilt dann, ebenfalls nach dem Fehlerskript:

$$b = \frac{(\sum x_i^2) \cdot (\sum y_i) - (\sum x_i) \cdot (\sum x_i y_i)}{N \cdot (\sum x_i^2) - (\sum x_i)^2} \quad (22)$$

Zur Berechnung der statistischen Abweichung von m und b benötigen wir die Varianz der y-Werte σ_y . Für diese gilt nach dem Fehlerskript:

$$\sigma_y^2 = \frac{1}{N-2} \sum (y_i - m \cdot x_i - b)^2 \quad (23)$$

Haben wir mit (23) die Varianz berechnet, lässt sich die Unsicherheit der Steigung σ_m ermitteln:

$$\sigma_m = \sqrt{\frac{\sigma_y^2}{N \cdot (\sum x_i^2) - (\sum x_i)^2} \cdot N} \quad (24)$$

- Für den „**snap in**“ erhalten wir mit (21) und (24) eine Steigung von $m = 44560684 \frac{V}{m}$ bei einer statistischen Abweichung von $\sigma_m = 74066 \frac{V}{m}$. Die Sensitivität S , also der Kehrwert von m , ergibt sich dann zu (die Abweichung wurde wieder mittels Gauß'scher Fehlerfortpflanzung berechnet):

$$S_1 = (2,2441 \pm 0,0037) \cdot 10^{-8} \frac{m}{V} \quad (25)$$

- Für den „**snap off**“ erhalten wir mit (21) und (24) eine Steigung von $m = 43315986 \frac{V}{m}$ bei einer statistischen Abweichung von $\sigma_m = 65831 \frac{V}{m}$. Die Sensitivität S lautet in diesem Fall:

$$S_2 = (2,3086 \pm 0,0035) \cdot 10^{-8} \frac{m}{V} \quad (26)$$

Wie bereits angekündigt wählen wir als Sensitivität den Mittelwert dieser beiden Ergebnisse, also (wieder unter Zuhilfenahme Gauß'scher Fehlerfortpflanzung):

$$S = (2,2764 \pm 0,0051) \cdot 10^{-8} \frac{m}{V} \quad (27)$$

Mit Formel (8) lässt sich nun die Auflagekraft am Setpoint $\Delta U_{T-B} = 500$ mV bestimmen, da wir aus 3.4 bereits die normale Federkonstante c_n kennen und gerade eben die ebenfalls noch nötige Sensitivität S berechnet haben.

$$F_n = c_n \cdot S \cdot \Delta U_{T-B} \quad (28)$$

$$= 3,14 \cdot 10^{-9} N \quad (29)$$

Die Gauß'sche Fehlerfortpflanzung angewandt auf (28) ergibt:

$$\sigma_{F_n} = \sqrt{\sigma_{c_n}^2 \left(\frac{\partial F_n}{\partial c_n} \right)^2 + \sigma_S^2 \left(\frac{\partial F_n}{\partial S} \right)^2} \quad (30)$$

$$= \sqrt{\sigma_{c_n}^2 (S \cdot \Delta U_{T-B})^2 + \sigma_S^2 (c_n \cdot \Delta U_{T-B})^2} \quad (31)$$

$$= 1,45 \cdot 10^{-9} N \quad (32)$$

Alles in allem also:

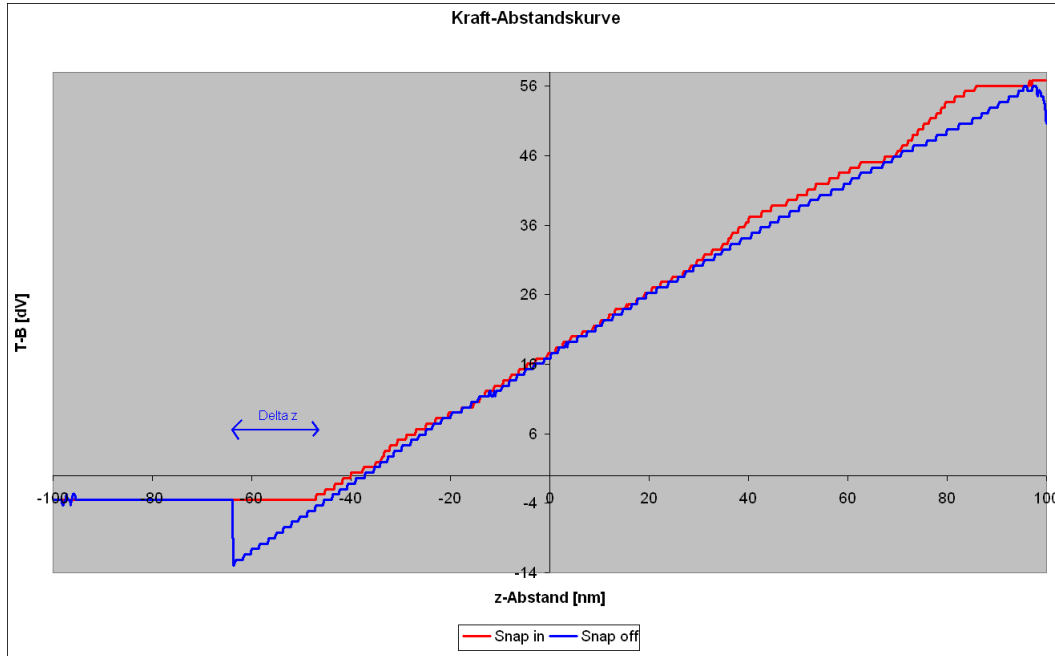
$$F_n = (3,14 \pm 1,45) \cdot 10^{-9} N \quad (33)$$

3.5.3 Maximale Adhäsionskraft zwischen Spitze und Oberfläche

Beim Entfernen der Probe tritt die Adhäsionskraft auf, sie wirkt solange, bis der Cantilever sprunghaft die Probe verlässt („snap off“). Dementsprechend lässt sie sich ganz einfach mit dem Abstand Δz von Kräftegleichgewichtslage und „snap off“-Position nach dem Hook'schen Gesetz ausrechnen:

$$F_A = c_n \cdot \Delta z \quad (34)$$

Wir lesen ab: „snap off“ bei $-63,7 \text{ nm}$, Gleichgewichtslage bei $-45,5 \text{ nm} \Rightarrow \Delta z = (18,2 \pm 0,1) \text{ nm}$.



Wir erhalten also:

$$F_A = 5,02 \cdot 10^{-9} \text{ N} \quad (35)$$

Mit Gauß'scher Fehlerfortpflanzung ergibt sich wiederum die Unsicherheit der Adhäsionskraft:

$$\sigma_{F_A} = \sqrt{\sigma_{c_n}^2 \left(\frac{\partial F_A}{\partial c_n} \right)^2 + \sigma_{\Delta z}^2 \left(\frac{\partial F_A}{\partial \Delta z} \right)^2} \quad (36)$$

$$= \sqrt{\sigma_{c_n}^2 (\Delta z)^2 + \sigma_{\Delta z}^2 (c_n)^2} \quad (37)$$

$$= 2,31 \cdot 10^{-9} \text{ N} \quad (38)$$

Für die maximale Adhäsionskraft ergibt sich demnach folgender Zahlenwert:

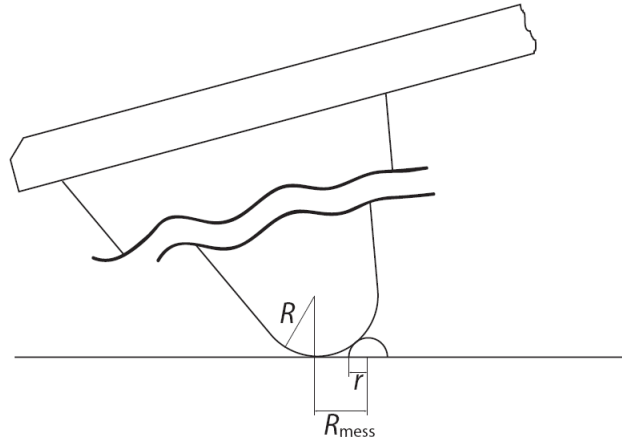
$$F_A = (5,02 \pm 2,31) \cdot 10^{-9} \text{ N} \quad (39)$$

3.5.4 Vergleich mit theoretischen Vorhersagen

Die anziehenden Kräfte setzen sich in erster Linie aus Van-der-Waals- und Kapillarkräften zusammen, die beide in einer Größenordnung von 10^{-10} N bis 10^{-9} N liegen, wie in der Vorbereitungsmappe hergeleitet wurde. Dies trifft auch auf unsere Messergebnisse zu, so dass wir zumindest größenordnungsmäßig die Theorie als bestätigt ansehen können.

3.6 Einfluss des Spitzenradius

Nun möchten wir in folgender idealisierten Situation den Einfluss des Spitzenradius auf die Ausdehnung von Topographiedetails abschätzen:



Die konkrete Frage ist, wie groß der Radius r eines Topographiedetails sein muss, um das Messergebnis R_{mess} um weniger als 10% zu vergrößern. Nach dem Satz des Pythagoras gilt:

$$(R + r)^2 = R^2 + R_{mess}^2 \quad (40)$$

Das Messergebnis soll höchstens um 10% vergrößert werden, R_{mess} darf also höchstens $R_{mess} = 1,1 \cdot r$ betragen. Wir nehmen den Extremfall an und ersetzen R_{mess} durch $1,1 \cdot r$, wodurch wir Formel (40) folgendermaßen auflösen können:

$$(R + r)^2 = R^2 + (1,1 \cdot r)^2 \quad (41)$$

$$R^2 + 2 \cdot R \cdot r + r^2 = R^2 + 1,21 \cdot r^2 \quad (42)$$

$$2 \cdot R \cdot r + r^2 = 1,21 \cdot r^2 \quad (43)$$

$$\Rightarrow r = \frac{2 \cdot R}{0,21} \quad (44)$$

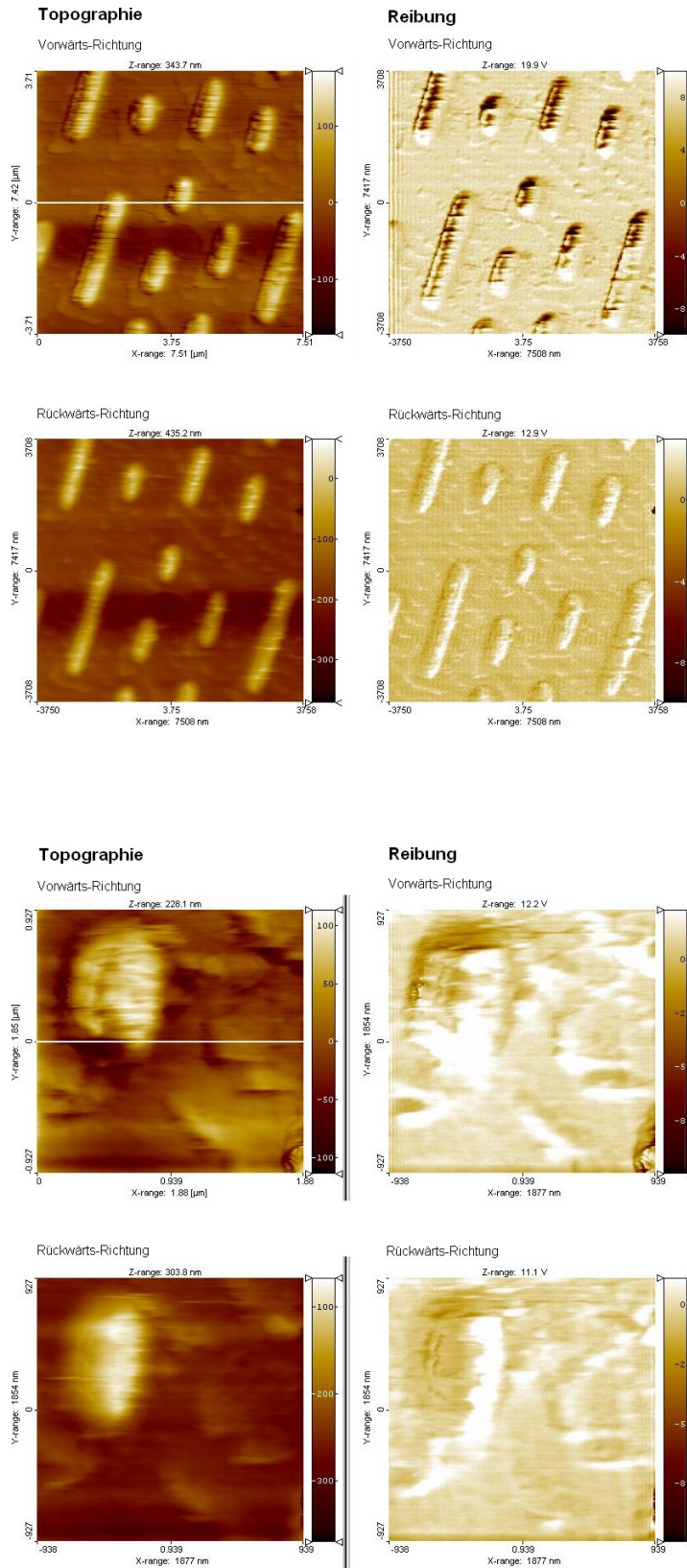
$$= 9,52 \cdot R \quad (45)$$

Das Topographiedetails sollte demnach die 10fache Ausdehnung der Spitze besitzen!

3.7 Untersuchung einer CD

3.7.1 Messung

Nach der Präparation der Probe nahmen wir zwei Scans vor: wir zeichneten jeweils das Topographie- und das Reibungsbild auf, wählten allerdings einmal eine kleinere ScanRange, erhielten also einen kleineren, dafür aber detailreicheren Ausschnitt.



Im Folgenden wurde selbstverständlich mit der qualitativ besseren 1. Messung gearbeitet, da diese auch die Untersuchung mehrerer Pits erlaubt.

3.7.2 Lateralkraftaufnahmen

Jeweils rechts sind die Reibungsbilder bzw. Lateralkraftaufnahmen abgebildet. Nicht nur im eigentlichen Topographiebild, sondern auch dort sind die Pit-Grenzen deutlich zu erkennen. Das verwundert allerdings auch nicht, stellt ein Pit doch eine sehr plötzliche Höhenänderung dar, die an den Kanten unweigerlich zu veränderten Reibungsverhältnissen führt. Da Pits und Lands aus dem gleichen Material bestehen, ist eigentlich zu erwarten, dass die Reibung AUF DEN FLÄCHEN (nicht am Rand!) dort jeweils gleich ist, während in der Topographie ein großer Unterschied bestehen müsste. Dies bestätigt sich in unserer Messung leider nicht ganz optimal, die Farbunterschiede zwischen Pits und Lands sind aber immerhin im Topographiebild deutlich stärker ausgeprägt als im Reibungsbild, besonders bei dem in Rückwärts-Richtung.

3.7.3 Vermessung der Pits, Spurbestand der Tracks

Mit Hilfe des Scanprogramms haben wir die Pits unseres Messbilds vermessen. Vier verschiedene Typen konnten ausfindig gemacht werden. In folgender Tabelle sind die verschiedenen **Längen** aufgeführt - Typ 1 ist der kleinste gefundene Pit, Typ 4 der größte:

Pit-Typ	1	2	3	4
Länge [μm]	0,985	1,32	1,73	3,35
	0,963	1,26		3,32
Mittelwert:	0,97	1,28	1,73	3,34
Abweichung:	0,02	0,03		0,02

In der Vorbereitungshilfe wird der kleinste Pit mit einer Länge von $0,83\mu m$ angegeben - unsere Messung der Pitlänge bewegt sich also im richtigen Bereich! Des weiteren haben wir die **Breiten** und **Höhen** der Pits sowie den **Spurbestand der Tracks** vermessen. Das Ergebnis ist in folgender Tabelle zusammengefasst:

Breite b [μm]	Höhe h [nm]	Spurbestand d [μm]
0,737	119	1,677
0,679	133	1,602
0,726	155	1,640
0,716	134	1,713
0,744	118	1,669
0,744	124	
0,744	134	
0,728	124	

Mit diesen Werten bekommen wir:

- Pit-Breite: $b = (0,727 \pm 0,022)\mu m$
- Pit-Höhe (bzw. Tiefe, je nach Sichtweise): $h = (130 \pm 12)$ nm
- Spurbestand: $d = (1,660 \pm 0,042)\mu m$

In der Vorbereitungsmappe wurden für eine CD folgende Daten genannt: Spurbestand $d = 1,6\mu m$ und Pit-Breite $b = 500$ nm. Während unsere Messung des Spurbestands also relativ exakt war, sind unsere Werte der Pit-Breite durchweg zu groß. Dies könnte an Abbildungsfehlern liegen: unser Bild ist recht verwaschen, so dass die Randbereiche nur schwer auszumachen waren, was zur Folge gehabt haben könnte, dass die Ausdehnung der Pits zu groß eingeschätzt wurde.

3.7.4 Theoretisch optimale Pit-Höhe

CD-Lesegeräte arbeiten mit einer Wellenlänge von $\lambda_0 = 780 \text{ nm}$. Da der Strahl nach dem Auftreffen auf die CD durch ein Medium mit einem Brechungsindex von $n = 1,55$ läuft, reduziert sich diese auf $\lambda = \frac{\lambda_0}{n} = 503,2 \text{ nm}$.

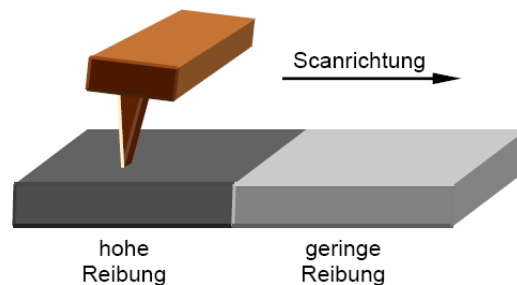
Um nun die Information mittels einer Fotodiode auslesen zu können, muss das Pit eine destruktive Interferenz des Laserstrahls bewirken. Destruktive Interferenz tritt bei einem Gangunterschied von einer halben Wellenlänge erstmals auf. Da das Licht im Pit hin- und zurückläuft, beträgt die optimale Höhe eines Pits genau ein Viertel der Wellenlänge:

$$h_{theo.} = \frac{\lambda}{4} = 125,8 \text{ nm} \quad (46)$$

Dieser Wert weicht nur gering von unserem Messwert für h ab, er liegt erfreulicherweise sogar noch in dessen Toleranzbereich!

3.8 Probe mit unterschiedlicher Reibung - Gedankenexperiment

In diesem Versuchsteil erörtern wir theoretisch, wie ein Schaubild aussehen müsste, wenn man das Torsionssignal L-R über der Position der Cantileveraufhängung bzw. Scankoordinate aufträgt, falls die Spitze auf einer ebenen Probe der folgenden Gestalt hin- und herbewegt wird:

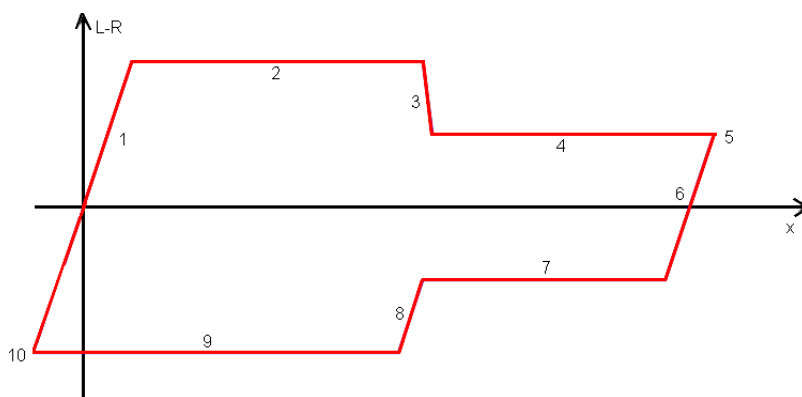


Hierzu möchten wir die Vorgänge der Reihe nach betrachten:

1. Der Cantilever wird in Bewegung gesetzt (zunehmendes x), während die Spitze unten aufgrund der Reibung zunächst noch auf der Probe ruht. Der Cantilever verbiegt sich also, die Torsion L-R steigt an.
2. Sobald die Torsionskraft stärker als die Reibungskraft ist, setzt sich die Spitze in Bewegung. Die Torsionskraft L-R bleibt dann konstant, da die Reibung überwunden und keine zusätzliche Verbiegung des Cantilevers mehr nötig ist.
3. Erreicht die Spitze den Bereich geringerer Reibung, so reicht ab jetzt eine geringere Rückstellkraft aus, um die Spitze weiter über die Oberfläche zu ziehen. Dementsprechend geht die Torsion zurück, bis sie sich...
4. ...im Kräftegleichgewicht wieder auf einem konstantem Level einfindet.
5. Im Umkehrpunkt stoppt der Cantilever, um sich anschließend wieder in die andere Richtung zu bewegen.
6. Aufgrund der Reibungskräfte bleibt die Spitze in Ruhe, die Torsion des Cantilevers geht zurück bis zur Ruhelage und wird danach negativ, da sich die Apparatur ja immer weiter zurück bewegt.
7. Ab einem gewissen Punkt übersteigt die Torsionskraft wieder die Reibungskraft, so dass sich die Spitze in Bewegung setzt und sich bei konstanter Cantilever-Torsion nach links bewegt.
8. Erreicht die Spitze den Abschnitt mit höherer Reibung, so tritt plötzlich eine deutlich größere Reibungskraft auf, so dass die Torsion L-R nicht ausreicht, um die Spitze weiter zu bewegen: sie bleibt hängen. Da sich der Cantilever aber immer weiter bewegt, verbiegt er sich weiter (was sich wieder in einer L-R-Änderung auswirkt), bis Torsion und Reibung gleichauf liegen und sich die Messsonde...

9. ...bei konstanter Torsion und Reibung weiterbewegt.
10. Im zweiten Umkehrpunkt verhält sich die Situation vollkommen analog zu vorhin, die Spitze verharrt reibungsbedingt in Ruhe, während die Torsion dank geänderter Bewegungsrichtung abnimmt, bis die Ausgangslage wieder erreicht wird - die Hystereseschleife ist geschlossen.

Übertragen in ein Schaubild sähen unsere Überlegungen folgendermaßen aus:



3.9 Vergleich der Lateralkraftaufnahmen von CD und Liniengitter

3.9.1 Gemeinsamkeiten

Die Lateralkraftaufnahmen von CD und Liniengitter legen beide nahe, dass die Erhöhungen jeweils aus dem gleichen Material wie die Grundfläche bestehen. Zwar sind an den Kanten Reibungsunterschiede zu verzeichnen, die Stärke der Reibung auf den erhöhten Flächen entspricht aber in etwa der der Grundfläche. An den Kanten der Topographie ist bei allen Lateralkraftaufnahmen eine Änderung der Reibung zu erkennen, die - wie oben bereits mehrfach beschrieben - auf ein „Verhaken“ des Cantilevers mit dem Hindernis zurückzuführen ist.

3.9.2 Unterschiede

Unterschiedlich ist allerdings die Stärke der Reibung auf CD und Liniengitter. Während die CD-Pits einen relativ weichen Übergang an der Kante aufweisen, sind die Linien des Kreuzgitters scharf abgegrenzt. Dies ist umso erstaunlicher, als dass das 40 nm hohe Gitter ja eigentlich ein sehr viel kleineres Hindernis darstellt als ein 126 nm hoher Pit. Eine mögliche Erklärung für dieses Verhalten wäre, dass das Kreuzgitter sehr viel steilere, fast senkrechte Kanten hat, an denen der Cantilever sofort hängen bleibt. Die schon in 3.2.3 diskutierten dunkelbraunen Bereiche - Bezirke besonders starker Reibung - auf den Stegen stützten diese These. Die weniger steilen Pits der CD dagegen kann der Sensor leichter nach oben rutschen (auch wenn er „höher hinaus“ muss), so dass nicht so viel Reibung registriert wird.

3.9.3 Unterscheidung von Topographie- und Reibungsbildern

In Aufgabe 8 haben wir gesehen, dass die Reibungskräfte eine Hystereseschleife durchlaufen. Dies kann man sich zu Nutze machen, um Reibung und Topographie (besitzt keine Hysterese) zu unterscheiden. Bildet man die Differenz der Signale aus Vorwärts- und Rückwärtsscan, sollte man bei einem Topographiesignal mangels Hysterese auf Null kommen, während die Differenz der Reibungskräfte einen deutlich von Null verschiedenen Wert ergeben sollte. Auf diese Weise ist also nachträglich eine Unterscheidung der Signale möglich, falls man Vorwärts- und Rückwärtsscan vorgenommen hat.