

Gottfried Wilhelm Leibniz Universität Hannover  
Institut für Festkörperphysik  
Abteilung ATMOS

# **Anleitung zu dem Praktikumsversuch Rasterkraftmikroskopie auf didaktischer Basis**

**Bachelorarbeit von  
Victoria Peters  
Matrikelnummer 2551070**

Spätestes Abgabedatum: 22.10.2009

Erstprüfende: Prof. Dr. Karina Morgenstern  
*Leibniz Universität Hannover*  
Zweitprüfender: Prof. Dr. Gunnar Friege  
*Leibniz Universität Hannover*

# Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung .....	3
2	Das Rasterkraftmikroskop.....	4
2.1	Aufbau und Funktionsweise .....	4
2.2	Die verschiedenen Betriebsmodi .....	5
2.2.1	Der Kontakt-Modus .....	5
2.2.2	Lateral Force Microscopy (LFM) .....	7
2.2.3	Force Modulation .....	8
2.2.4	Der dynamische Modus .....	8
2.2.5	Der „Fly“-Modus (2 <sup>nd</sup> trace mode) .....	10
2.2.6	Magnetic Force Microscopy (MFM).....	10
2.2.7	Electrical Force Microscopy (EFM) .....	11
3	Das Rasterkraftmikroskop im Praktikum.....	13
3.1	Begründung der Grundlagenversuche.....	14
3.2	Begründung der weiterführenden Versuche .....	15
4	Literaturverzeichnis .....	18
5	Quellenverzeichnis der Abbildungen .....	18
6	Anhang .....	19
	Rasterkraftmikroskopie (AFM) – Grundlagenversuche	
	Weiterführende Versuche	
	Glossar der wichtigsten Fachbegriffe	

# 1 Einleitung

Diese Arbeit beschäftigt sich mit dem Rasterkraftmikroskop (engl. Atomic Force Microscope, kurz AFM) und wie es im Rahmen eines Laborpraktikums im Modul „Einführung in die Festkörperphysik“ eingesetzt werden kann. Der Titel der Bachelorarbeit – „Anleitung zu dem Praktikumsversuch Rasterkraftmikroskopie auf didaktischer Basis“ – verrät, dass meine Arbeit im Wesentlichen ergebnisorientiert ist:

Auf der Grundlage von didaktischen Überlegungen habe ich eine Versuchsanleitung entwickelt, die auf das neue Rasterkraftmikroskop der Firma *Anfatec Instruments AG* im Institut für Festkörperphysik abgestimmt ist. Mit ihr sollen die Studenten, die im Praktikum mit dem Mikroskop arbeiten, eine Einführung in die wichtigsten Messtechniken bekommen und gute Ergebnisse für ihre Auswertungen erzielen können.

Um selbst eine Anleitung zu entwickeln, musste ich das Mikroskop erst kennen lernen und eigene Erfahrungen mit der zugehörigen Software machen. So habe ich zunächst die vielen Messmodi, die dieses AFM bietet, ausprobiert und versucht einzuschätzen, welche Versuche in abschätzbarer Zeit durchführbar sind und wie gut die erhaltenen Ergebnisse sind. Dabei habe ich mich nach den vom Hersteller mitgelieferten Anleitungen gerichtet.

Nachdem ich viele Bilder und Messwerte erhalten hatte, habe ich eine Anleitung geschrieben, die im Anschluss von zwei Studenten hinsichtlich Durchführbarkeit, Qualität und Verständlichkeit der Erklärungen, Übersichtlichkeit, äußerer Darstellung und zeitlicher Aufteilung getestet und auf der Basis der erhaltenen Ergebnisse überarbeitet wurde. Didaktisch basiert sie hauptsächlich auf den Resultaten, die Heike Theyßen aus ihrer Forschung zum Einsatz von Praktika in der Physik gewonnen hat.<sup>1</sup>

Meine schriftliche Arbeit beginnt mit einer Vorstellung des generellen Funktionsprinzips eines AFM mit seinen verschiedenen bildgebenden Verfahren und Messtechniken. Viele selbst aufgenommene Bilder und Graphen sind in den Text dieses Abschnitts integriert und können später den Betreuern als Anhaltspunkt für die Ausarbeitungen dienen, die sie von ihren Studenten bekommen. Der nächste Teil stellt die endgültige Version der Versuchsanleitung vor und erläutert unter didaktischen Gesichtspunkten die Auswahl und Darstellung der einzelnen Experimente und begründet die Literatúrauswahl zur Vorbereitung auf das Praktikum.

Wann immer aus einem anderen Text zitiert wird oder Inhalte übernommen werden, ist an der entsprechenden Stelle auf die Literatur verwiesen, die am Ende der Arbeit aufgelistet ist. Die Quellen derjenigen Abbildungen, die nicht von mir stammen, sind ebenfalls am Schluss aufgeführt.

Im darauf folgenden Anhang findet sich dann die Versuchsanleitung, die in ihrer groben Struktur zweigeteilt ist: Den ersten Teil, der sich mit den zwei Basis-Modi, den Kontakt- und dem dynamischen Modus, beschäftigt, führen alle Studenten durch. Der zweite Teil besteht aus vier verschiedenen Experimenten, die mit unterschiedlichen Messverfahren jeweils eine andere physikalische Eigenschaft der Probe untersuchen, von denen die Studenten aber nur eins auswählen. Das soll die Möglichkeit bieten, die Versuche zu variieren und hinsichtlich des Kenntnisstands und der experimentellen Fähigkeiten der Studenten zu differenzieren.

Die Versuchsanleitung ist so geschrieben, dass das Durchführen der Experimente mit Hilfe des Handbuchs zum AFM ohne Probleme möglich sein sollte. Außerdem soll ein angefügtes Glossar mit der Übersetzung der wichtigsten Begriffe aus dem Englischen ins Deutsche helfen, die Fachtermini und wichtigen Vokabeln zu verstehen, sodass das Lesen englischsprachiger Texte zur Vorbereitung weniger Probleme bereitet.

Vor dem Beginn ihres Praktikums sollten die Studenten das Glossar, die Anleitung zu den ersten Experimenten sowie den darin zitierten Artikel „AFM: A versatile tool in biophysics“ (Meas. Sci. Technol. 16 (2005), R65-R92) von A. Alessandrini und P. Facci als grundlegenden Text zur Einführung in das Thema AFM erhalten.

---

<sup>1</sup> vgl. H. Theyßen: „Physik für Mediziner – real und hypermedial, Konzeption und Evaluation eines in Inhalten, Methodik und Medieneinsatz adressatenspezifischen Physikpraktikums“, *PhyDid* 1/5 (2006), S.35-44

## 2 Das Rasterkraftmikroskop

Im diesem Abschnitt wird beschrieben, wie ein Rasterkraftmikroskop aufgebaut ist, wie es funktioniert und welche physikalischen Größen man damit messen kann.

Außerdem werden die im Rahmen der verschiedenen Experimente gemachten Ergebnisse und Messdaten vorgestellt, die den späteren Versuchsbetreuern im Praktikum als Vergleich für die Auswertungen ihrer Studenten dienen können.

### 2.1 Aufbau und Funktionsweise

Das Rasterkraftmikroskop, englisch Atomic Force Microscope (AFM), ist ein Rastersondenmikroskop, das mit einer Messspitze die Oberfläche einer zu untersuchenden Probe Zeile für Zeile abrastert.

Das grundlegende Prinzip ist in Abb.1 dargestellt: Die Spitze sitzt auf einer kleinen Blattfeder, dem Cantilever. Auf einem Halter über dem Scanner liegt die Probe, die mithilfe von piezoelektrischen Elementen unter der Spitze hin und her bewegt wird. Um die Probe relativ zur Spitze zu bewegen, wird in verschiedene Raumrichtungen eine entsprechend modulierte Spannung an die piezoelektrischen Kristalle angelegt, wodurch diese ihre Ausdehnung ändern. Damit wird eine Rasterbewegung zwischen Spitze und Probe gewährleistet.

Entsprechend der wirkenden Kräfte verbiegt sich der Cantilever beim Scannen unterschiedlich stark. Um die Verbiegungen genau messen zu können, ist ein Laserstrahl auf das freie Ende des Cantilevers gerichtet und wird von dort zunächst in die Mitte eines positionssensitiven Photodetektors reflektiert. Dieser ist in die vier Bereiche „oben links“ (tl), „oben rechts“ (tr), „unten links“ (bl) und „unten rechts“ (br) unterteilt.

Ändert sich die Krümmung des Cantilevers, wandert der reflektierte Laserspot wie bei einem Lichtzeiger auf dem Photodetektor. Durch Messen der Intensitäten

$$I_{T-B} = I_{top} - I_{bottom}, \quad I_{L-R} = I_{left} - I_{right} \quad \text{und} \quad I_{sum} = I_{tl} + I_{tr} + I_{bl} + I_{br}$$

lassen sich vertikale (T-B) und horizontale (L-R) Verbiegungssignale bestimmen, die proportional zur Normalkraft bzw. zu Lateralkräften sind [3, S.15].

Um quantitative Daten über die Oberfläche erhalten zu können, wird im „Constant-force“-Modus die Verbiegung und damit die Kraft zwischen Probe und Cantilever über eine Regelschleife im Controller konstant gehalten und die Höhe des Cantilevers senkrecht zur Probenoberfläche nachgeregelt.

Dazu wird der momentane Wert des Detektorsignals gemessen, mit einem festgelegten Referenzwert verglichen und das Differenzsignal auf Null gehalten. Über die Höhenregelung in z-Richtung kann der Computer Pixel für Pixel ein Höhenprofil des abgerasterten Gebietes erstellen. Das Prinzip, die Kraft konstant zu halten und ein z-Feedback zu verwenden, hat den Vorzug, dass Proben mit großen Höhendifferenzen untersucht werden können ohne dass die Gefahr besteht mit der Spitze anzustoßen [6, S.8].

Eine weitere Möglichkeit ist es, im „Constant-height“-Modus die Höhe konstant zu halten. Dies hat einerseits den Vorteil, dass schneller gescannt werden kann, weil die Piezoelemente die Probe nicht in z-Richtung bewegen müssen, und wird bei Bildern ausgenutzt, die die Zeitentwicklung von veränderlichen Oberflächen darstellen sollen. Andererseits kann bei nicht komplett flachen Proben leicht die Spitze abbrechen, weil das z-Feedback ausgeschaltet ist [6, S.8].

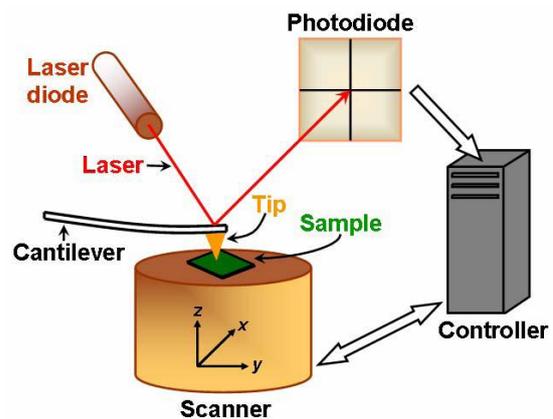


Abbildung 1: Schematischer Aufbau der wichtigsten Elemente des AFM

Das maximale Auflösungsvermögen des im Praktikum verwendeten AFM der Firma *Anfatec Instruments AG* (Abb.2) liegt nach Herstellerangaben im Bereich von 0.2 nm (lateral) und 0.02 nm (Höhe). Es ist abgesehen von der Oberflächenstruktur der Probe durch den Krümmungsradius des Cantilevers, der 100-400  $\mu\text{m}$  lang ist, und den Radius am Ende der Spitze (etwa 5 nm) limitiert. Außerdem können lateral nur Strukturen aufgelöst werden, deren Breite im Bereich der eines Bild-Pixels liegt [6, S.6 und 27]. Das Rauschen ist die Größe, die das Auflösungsvermögen am stärksten limitiert [6, S.27]. Um den Einfluss von Störungen zu verringern besteht der Tisch mit dem Mikroskop, der in Abb.2 auch zu erkennen ist, aus einer dicken Platte mit schwingungs isolierten Beinen gegen Vibrationen und hat zusätzlich eine Glasglocke zur Schallisolierung.



**Abbildung 2:** Das im Praktikum verwendete AFM der Firma *Anfatec Instruments AG*

Wichtige Vorteile des AFM gegenüber anderen Rastersondenmikroskopen sind:

1. Die Probe muss nicht speziell präpariert werden, vor allem können auch elektrisch nichtleitende Proben untersucht werden, wofür beim Rastertunnelmikroskop (STM) Beschichtungen notwendig sind.
2. Die Probe kann in ihrer natürlichen Umgebung – in normaler Atmosphäre, aber auch in Wasser, was bei organischen Proben relevant wird – untersucht werden und nicht zwingend im Vakuum wie z.B. beim Rasterelektronenmikroskop (SEM).

## 2.2 Die verschiedenen Betriebsmodi

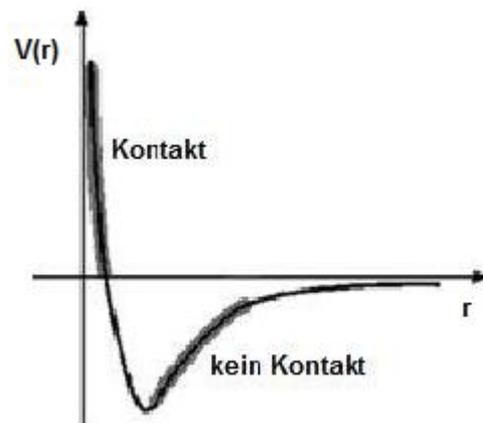
Im Folgenden sollen die beiden wichtigsten Betriebsmodi, der Kontakt-Modus und der dynamische Modus, kurz erklärt und darauf aufbauende Möglichkeiten der Probenanalyse vorgestellt werden. Hierbei soll es auch darum gehen, wie man qualitativ und quantitativ verschiedene Probeneigenschaften wie Unterschiede in Reibungskoeffizienten, Elastizitätsmodulen, aber auch magnetische oder elektrische Domänen auf der Oberfläche messen kann.

### 2.2.1 Der Kontakt-Modus

Generell bestimmt der Abstand von der Oberfläche die Art der Kraft auf den Cantilever. Der Kontakt-Modus basiert auf einem ständigen Kontakt der Spitze mit der Oberfläche, bei dem hauptsächlich repulsive Kräfte auftreten.

Abbildung 3 zeigt die Abstandsabhängigkeit des Lennart-Jones-Potentials, das im Wesentlichen die zwischenatomare Wechselwirkung beschreibt:

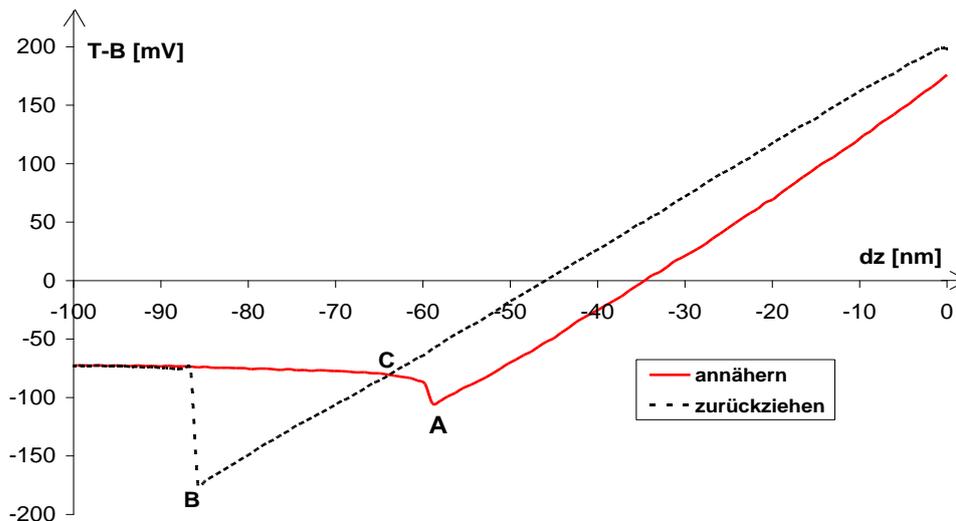
Fährt man die Spitze aus einem wechselwirkungsfreien Bereich, also aus weiter Entfernung, an die Oberfläche, so erfährt sie zunächst die attraktive van-der-Waals-Kraft (angenommen es gibt keine elektrostatischen oder magnetischen Interaktionen).



**Abbildung 3:** Abstandsabhängigkeit des Potentials der zwischenatomaren Wechselwirkung

Je mehr versucht wird, die Spitze anzunähern, umso stärker wird die Abstoßung zwischen den Elektronenhüllen der Spitzen- und Oberflächenatome aufgrund des Pauli-Prinzips. Deswegen verbiegt sich der Cantilever gemäß seiner Federkonstanten  $k$  anstelle einer weiteren Annäherung von Spitzen- und Probenatomen.

Mit dem AFM kann die reale, d.h. nicht mit Hilfe von Theorien modellierte, Abstandsabhängigkeit der Kraft zwischen Spitze und Cantilever mit einem Messverfahren dargestellt werden. Dazu wird die Spitze aus einer definierten Höhe über der Oberfläche auf die Probe abgesenkt, wieder zurück gefahren und eine Kraft-Abstands-Kurve wie in Abbildung 4 aufgenommen. Dabei ist das gemessene Verbiegungssignal „T-B“ auf der Hochachse proportional zur wirkenden Kraft.



**Abbildung 4:** Kraftkurve auf einer harten Oberfläche: Das vertikale Verbiegungssignal „T-B“ ist in Abhängigkeit des relativen Abstands  $dz$  von Spitze und Probe aufgetragen. Die Spitze wurde aus 100 nm Entfernung auf die Oberfläche abgesenkt und dann zurückgefahren.

In etwa 100 nm Entfernung von der Probenoberfläche spürt die Spitze noch kein Potential und wechselwirkt nicht mit der Oberfläche. Nach Annäherung um circa 40 nm ist die attraktive van-der-Waals-Kraft (proportional zu  $1/r^7$ , [2, S.52]) so groß geworden, dass die Spitze bei Punkt A in Kontakt mit der Oberfläche springt.

Nähert man die Spitze weiter an, kann man erkennen, dass das Verbiegungssignal „T-B“ für Proben mit hohem Elastizitätsmodul im letzten Teil der Annäherungskurve in Abb.4 linear mit der Höhe  $dz$  wächst: Es gilt im Kontaktbereich das Hooke'sche Gesetz, über das mithilfe der Federkonstanten  $k$  und der Steigung  $m$  die Kontaktkraft zwischen Spitze und Probe an einem Punkt bestimmt werden kann:

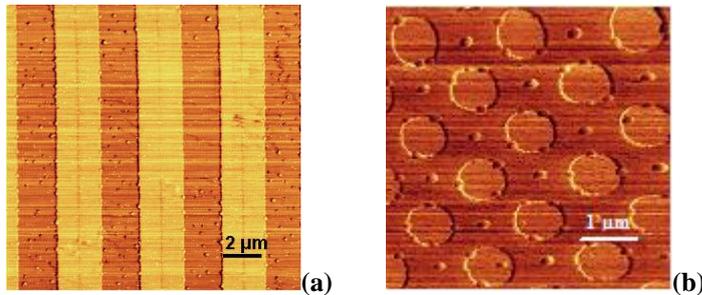
$$F_{\text{contact}} = k \cdot dz = k \cdot \frac{TB_{\text{set}} - TB_0}{m}$$

Dabei ist  $TB_{\text{set}}$  das festgesetzte Limit des Verbiegungssignals und  $TB_0$  der freie Wert dieses Signals. Beim Scannen, wo in diesem linearen Bereich gearbeitet wird, hält, wie oben erläutert, die Höhenregulierung die Kontaktkraft konstant. Diese liegt abhängig von der Anwendung im Bereich von wenigen nN bis einigen 100 nN [4].

Wird die Spitze nach Erreichen des Verbiegungslimits  $TB_{\text{set}}$  wieder zurückgezogen, entspannt sich der Cantilever gemäß des Hooke'schen Gesetzes, dennoch decken sich die Kurven der beiden Richtungen nicht. Denn Adhäsionskräfte bewirken jenseits des Punktes C, an dem beim Annähern keine Kraft auf die Spitze wirkt (in Abb.4 bei etwa 65 nm Abstand), eine Anziehung des Cantilevers, der sich dadurch in die andere Richtung biegt und erst dann den Kontakt verliert, wenn die Rückstellkraft der Biegung in Punkt B größer als die anziehenden Kräfte ist [5, S. 76].

Dass die schwarze Rückzugskurve im Kontaktbereich oberhalb der roten Annäherungskurve liegt, ist ein Artefakt, das messungsbedingt häufiger auftritt: Scheinbar wirken auf den Cantilever stärkere Kräfte, wenn er zurückgezogen wird. Das liegt an dem nichtlinearen Verhalten der Piezoelemente, die für das Hin- und Zurückfahren der Spitze verantwortlich sind.

Abbildung 5 zeigt Bilder von Testgittern aus Silizium mit Siliziumoxid-Beschichtung, die im Kontakt-Modus aufgenommen wurden. Man erkennt am Verbiegungssignal in Abb.5 (b), dass an den Kanten der Gitter die Höhe der Spitze nachgeregelt werden muss.



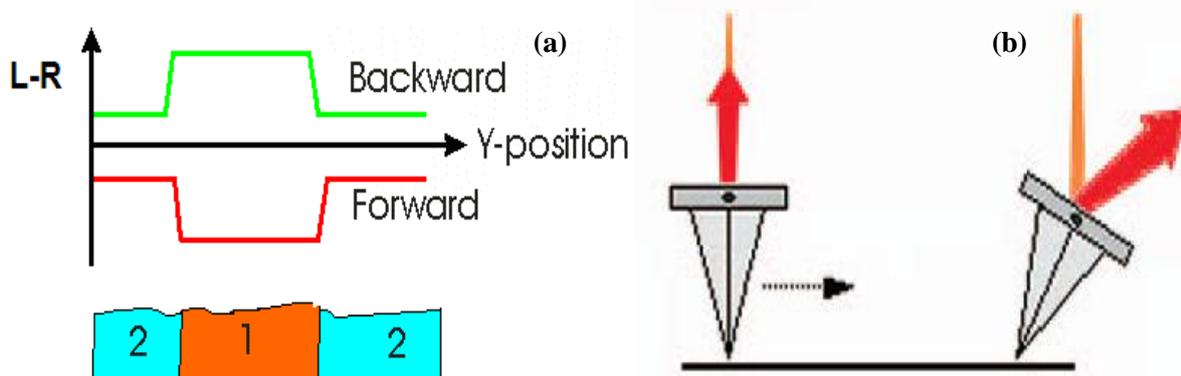
**Abbildung 5:** Beispiele für Bilder verschiedener Testgitter im Kontaktmodus: (a)Topographiesignal und (b)Verbiegungssignal

## 2.2.2 Lateral Force Microscopy (LFM)

Im Kontakt-Modus kann man nicht nur die Topographie („T-B“-Signal des Photodetektors) sondern auch die Zusammensetzung einer Probe analysieren. Ist eine Oberfläche aus Materialien mit verschiedenen Reibungskoeffizienten zusammengesetzt, so lassen sich diese Unterschiede mithilfe der LFM-Technik sichtbar machen.

In diesem Fall wird die Spitze senkrecht zur langen Achse des Cantilevers über die Oberfläche geführt, wobei sich der Cantilever dabei wie in Abb.6 (b) seitlich verdreht. Das „L-R“-Signal des Photodetektors wird dabei in Hin- und Rückrichtung aufgezeichnet (vgl. Abb.6 (a)). Vergrößert sich jetzt der Reibungskoeffizient auf der Probenoberfläche, so wirkt eine größere Reibungskraft auf den Cantilever und das entstehende Drehmoment verdreht ihn stärker.

Dabei ist es wichtig, das Signal aus Hin- und Rückrichtung aufzunehmen sowie Topographie- mit LFM-Bildern zu vergleichen, um Artefakte im LFM-Kontrast identifizieren zu können. Denn Stufen auf der Oberfläche führen wie Reibungsunterschiede zu einer Verbiegung des Cantilevers und damit zu einem LFM-Kontrast, der dann irrtümlicherweise als Reibungskontrast interpretiert werden könnte.



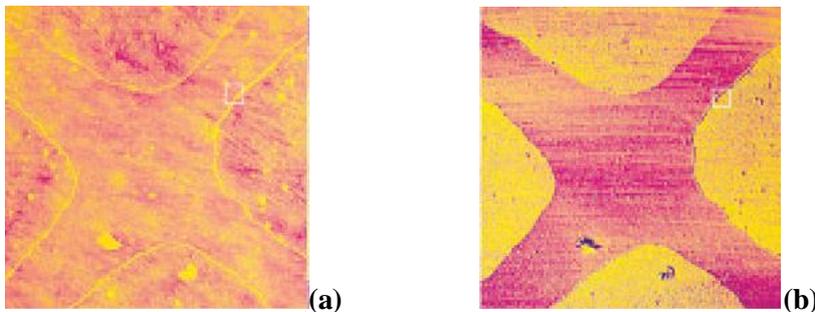
**Abbildung 6:** (a) LFM-Signal einer zusammengesetzten Probe aus Vorwärts- und Rückwärtsrichtung (die türkisen Bereiche haben einen kleineren Reibungskoeffizienten); (b) das Verdrehen des Cantilevers bewirkt ein betragsmäßig größeres „L-R“-Signal, weil der Laserstrahl nach links bzw. rechts reflektiert wird

### 2.2.3 Force Modulation

Die „Force Modulation“-Technik ist eine spezielle Weiterentwicklung des Kontakt-Modus, die es möglich macht, lokale Elastizitätsunterschiede auf einer Probe zu messen.

Um an Aussagen über Elastizitätseigenschaften zu gelangen, wird der Cantilever, der nach wie vor im Kontakt mit der Oberfläche steht, zur Oszillation mit einer kleinen Frequenz angeregt. Diese liegt typischerweise im Bereich von 500 Hz und 5 kHz und variiert damit die bisher immer konstante Kontaktkraft. Wie man sich leicht überlegen kann, ändert sich die Schwingungsamplitude und die Phase zwischen Anregung und Schwingung mit der Härte der Oberfläche. Auf einem sehr weichen Material verschwindet viel der Schwingungsenergie in der Probe und die Oszillation wird gedämpft. Dadurch verringert sich die Schwingungsamplitude und die Phase verschiebt sich zu kleineren Werten. Also weisen sowohl kleinere Werte im Amplituden- als auch im Betrag des Phasensignals auf einen geringeren Elastizitätsmodul hin [4].

Abbildung 7 zeigt, dass annähernd ebene Proben wie diese Siliziumverbindung in einer Salzlösung, die so gut wie keinen Kontrast im Topographiebild (a) aufweisen, mit dem „Force Modulation“-Verfahren im Phasenbild (b) aber aufgrund ihrer verschiedenen lokalen Elastizität einen guten Materialkontrast aufweisen.

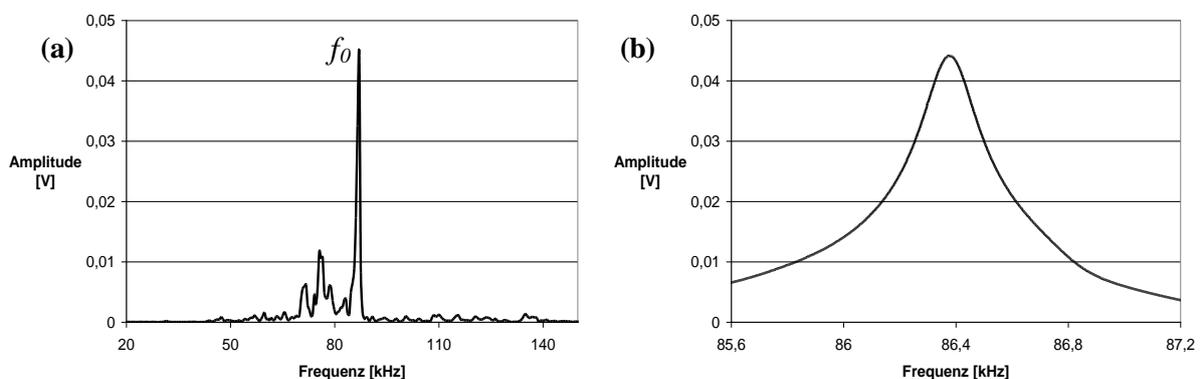


**Abbildung 7:** Während im Topographiebild (a) kaum ein Kontrast sichtbar ist, erkennt man im Phasenbild (b) deutlich die Zusammensetzung der Probe aus zwei verschiedenen Materialien. Die Bildausschnitte haben eine Originalgröße von  $50 \times 50 \mu\text{m}$  und zeigen eine Siliziumverbindung in einer Salzlösung.

### 2.2.4 Der dynamische Modus

Das zweite grundlegende Messverfahren ist der dynamische Modus, in dem sich die Spitze nicht mehr im Kontakt mit der Probe befindet. Der Cantilever wird extern zur Schwingung angeregt und die Frequenz manuell so ausgewählt, dass er in Resonanz oszilliert.

In Abb. 8 ist ein Beispiel für ein Frequenzspektrum von einem NSC18 CrCo-Cantilever dargestellt:



**Abbildung 8:** (a) Frequenzspektrum, (b) Ausschnitt aus dem linken Spektrum um die Resonanzfrequenz  $f_0$

Der Gütefaktor  $Q$  ist ein Maß für die verlorene Schwingungsenergie des Cantilevers durch die Dämpfung. Je größer die Dämpfungskonstante  $\gamma$ , umso breiter ist der Resonanzpeak und umso kleiner ist der Gütefaktor. Abhängig vom Cantilever und von der Probe erhält man einen mehr oder weniger großen Gütefaktor, der sich ganz leicht aus der Resonanzkurve bestimmen lässt:

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f} \quad \text{mit } \Delta f: \text{ volle Halbwertsbreite und } f_0: \text{ Resonanzfrequenz}$$

In der Nähe seiner Resonanzfrequenz  $\omega_0$  kann die Bewegung des Cantilevers durch folgende Differentialgleichung beschrieben werden:

$$m \cdot \ddot{z} + \gamma \cdot \dot{z} + k \cdot z = A_0 \cdot k \cdot e^{i\omega t}.$$

Dabei ist  $z$  die komplexe Schwingungsamplitude,  $m$  die Masse des Cantilevers,  $k$  die Federkonstante,  $\gamma$  die Dämpfungskonstante,  $A_0$  die Anregungsamplitude und  $\omega$  die Anregungsfrequenz.

Nach Lösen der DGL und Bilden des Realteils ergibt sich eine reelle Schwingungsamplitude von

$$A(\omega) = \frac{A_0 \cdot k}{\sqrt{m^2(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \omega^2 \gamma^2}}.$$

Nähert sich die Spitze der Probenoberfläche an, so vergrößert sich die Dämpfungskonstante und die Schwingungsamplitude wird kleiner. Die von der Höhe abhängige, auf einer harten Probe gemessene Relation ist in Abbildung 9 dargestellt:

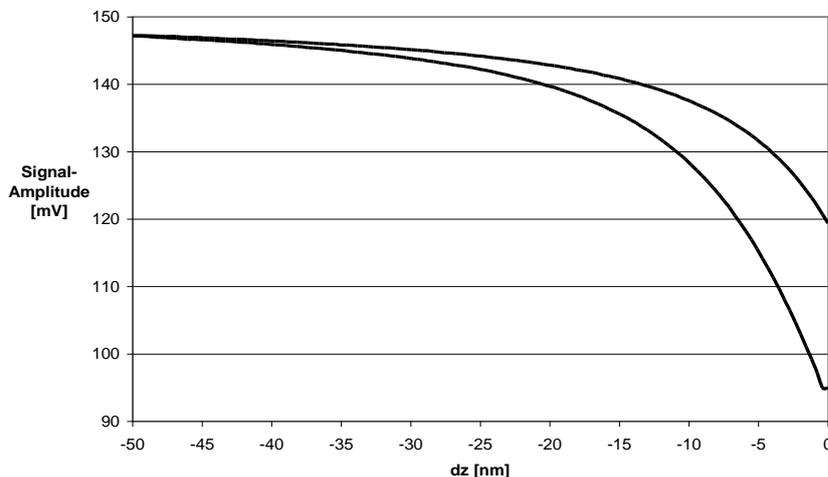


Abbildung 9: Amplituden-Abstandskurve eines NSC15-Cantilevers

Gleichzeitig verändert sich nach  $\tan(\varphi) = \frac{\gamma\omega}{m(\omega_0^2 - \omega^2)}$

die Phasenbeziehung  $\varphi$  zwischen Anregungs- und Schwingungsamplitude [1, Kapitel 4.1.3].

Wenn also während des Scannens eines Bildes der Abstand zwischen Spitze und Oberfläche so nachgeregelt wird, dass die Kraft auf den Cantilever konstant bleibt, lassen sich wie bei dem Testgitter in Abb. 10 Topographie-, Amplituden- und Phasensignal aufzeichnen. Die Frequenzverminderung durch eine größere Dämpfungskonstante ist klein gegenüber der Breite des Resonanzpeaks [4] und kann daher vernachlässigt werden.

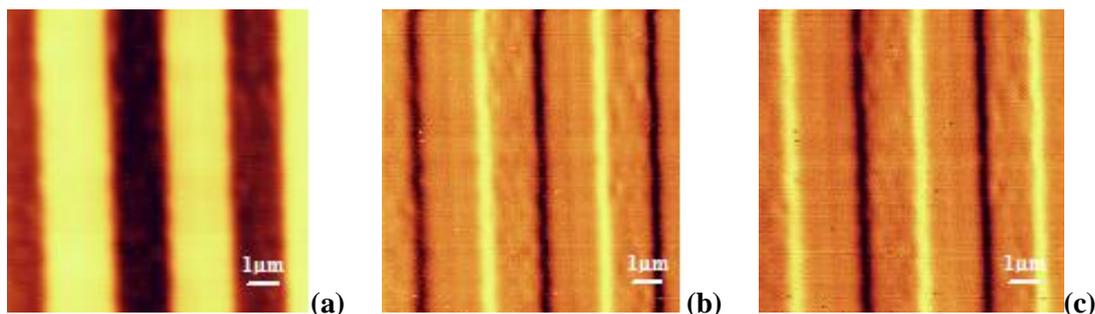


Abbildung 10: (a) Topographie-, (b) Amplituden- und (c) Phasensignal eines Testgitters

Aber nicht nur Höhenunterschiede können mit den soeben beschriebenen Verfahren dargestellt werden. Wirkt allgemein eine sich in z-Richtung verändernde Kraft wie bei Proben mit elektrischen oder magnetischen Domänen auf den Cantilever, so verändert sich seine effektive Kraftkonstante zu:

$$k' = k - \frac{d}{dz} F(z) \quad [4].$$

Für attraktive Kräfte wird sie kleiner und damit auch die Amplitude, bei repulsiven Kräften ist es gerade umgekehrt.

Um bei Messungen von schwachen Signalen wie magnetischen Domänen qualitativ gute Bilder zu erhalten, wird versucht, ein gemischtes Signal aus Informationen über Höhenunterschiede und magnetische Felder zu vermeiden. Das geschieht mit folgender Methode, die auf dem dynamischen Modus aufbaut.

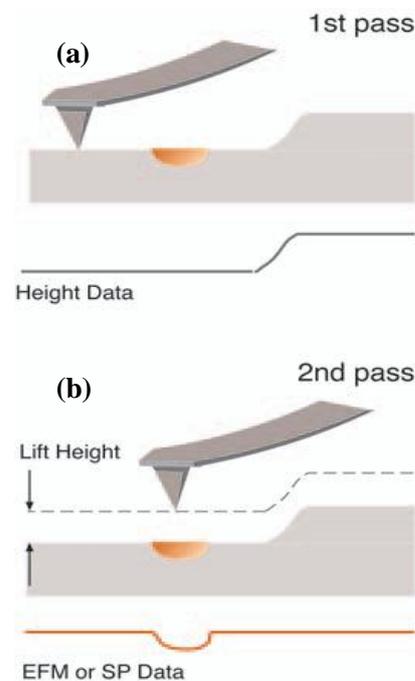
### 2.2.5 Der „Fly“-Modus (2<sup>nd</sup> trace mode)

Der „Fly“-Modus, der auch wegen der Art seiner Messtechnik „2<sup>nd</sup> trace mode“ genannt wird, ist eine besondere Erweiterung des dynamischen Modus, bei der die Datenaufnahme für die wesentlichen Signale in zwei Schritten erfolgt.

Elektrische und magnetische Kräfte haben mit  $F(z) \sim 1/z^2$  eine längere Reichweite und stärkere z-Abhängigkeit als die zwischenatomaren Kräfte und die van-der-Waals-Wechselwirkung. Dies wird im „Fly“-Modus ausgenutzt:

Die Topographie der Oberfläche wird in geringem Abstand zur Probe wie oben beschrieben im dynamischen Modus gescannt (Abb.11 (a)). Nach jeder Linie wird die Spitze auf eine definierte Höhe zurückgezogen und das zuvor detektierte Topographiesignal in größerem Abstand ein zweites Mal nachgefahren (Abb.11 (b)), daher der Name „Fly“-Modus oder „2<sup>nd</sup> trace mode“.

Jetzt sind die elektrischen bzw. magnetischen Kräfte dominant und bewirken eine Phasen- und Amplitudenveränderung der Cantilever-Oszillation. Je größer das Potential zwischen Cantilever und Probe, umso stärker ist der Kontrast im Phasenbild des „Fly“-Bildes [9].



**Abbildung 11:** Schema der Datenaufnahme im „Fly“-Modus

### 2.2.6 Magnetic Force Microscopy (MFM)

Magnetic Force Microscopy (MFM) verwendet den „Fly“-Modus, um magnetische Domänen bildlich darzustellen.

Wenn die magnetisierte Spitze in einer festgelegten Höhe das Topographiesignal nachfährt, bewirken magnetische Feldvektoren, die entgegengesetzt zu denen der Spitze senkrecht auf der Oberfläche stehen, eine attraktive Wechselwirkung, während gleich ausgerichtete eine abstoßende Kraft verursachen. Haben die Vektoren eine Komponente parallel zur Oberfläche, liegt das Signal in den „Fly“-Bildern zwischen den eben geschilderten Extremen. Schematisch ist dieses Prinzip in Abbildung 12 dargestellt.

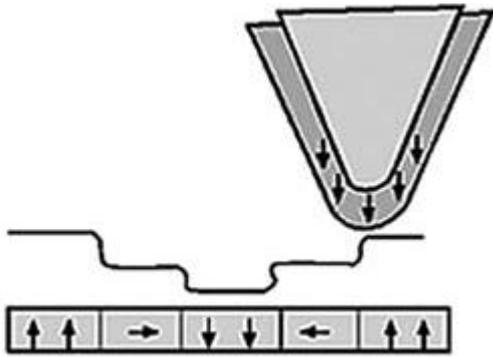


Abbildung 12: Prinzip der Entstehung des „Fly“-Signals

Abbildung 13 zeigt ein Beispiel für MFM-Bilder einer Zip-Disk. Im Phasenbild, das im „Fly“-Modus in einer Höhe von 80 nm aufgenommen wurde, sind die wenige  $\mu\text{m}$  großen Bits gut sichtbar.

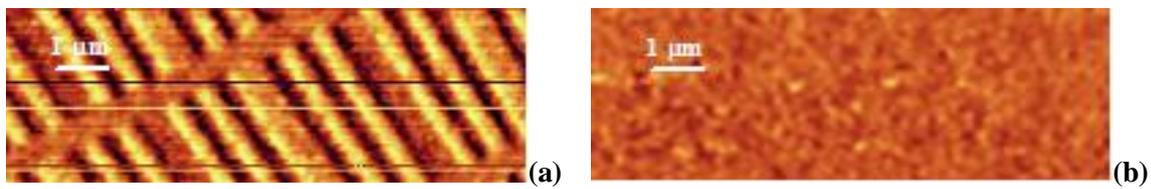


Abbildung 13: (a) Phasenbild und (b) Topographiebild von einer Zip-Disk

## 2.2.7 Electrical Force Microscopy (EFM)

Das Prinzip der EFM-Messungen funktioniert ähnlich, nur werden hier mit dem „2<sup>nd</sup> trace mode“ elektrostatisch geladene Domänen auf Oberflächen und Gebiete mit verschiedenen elektrischen Eigenschaften dargestellt.

Um ein ausreichend großes Potential zu bilden, muss eine Spannung zwischen Spitze und Probe angelegt werden, die in ihrer Größe den Kontrast der erhaltenen Bilder bestimmt. Der Cantilever wird außerdem neben der mechanischen zur elektrischen Oszillation angeregt. Dies geschieht mittels einer alternierenden Spannung, die am Cantilever angelegt wird. Zusätzlich zum mechanischen Amplituden- und Phasensignal des üblichen dynamischen Modus erhält man bei EFM-Messungen also ein Signal, das von der elektrischen Amplitude bzw. Phase dominiert wird.

Fährt die Spitze, nachdem sie das Topographiesignal einer Linie gescannt hat, ein zweites Mal in der festgelegten Flughöhe über die Oberfläche, wechselwirkt sie im Wesentlichen nur mit dem elektrischen Feld der Probe. Die elektrischen Kräfte verschieben die Phasenbeziehung zwischen Anregungs- und Schwingungsamplitude der angelegten Spannung; ferner ändert sich die Größe der Amplitude.

Abbildung 14 zeigt Beispiele für Signale, die an einem auf Siliziumbasis dotierten Testgitter gemessen wurden.

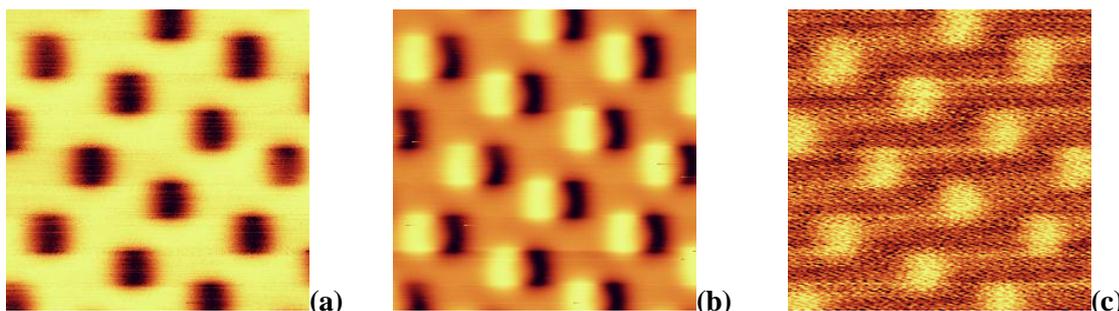


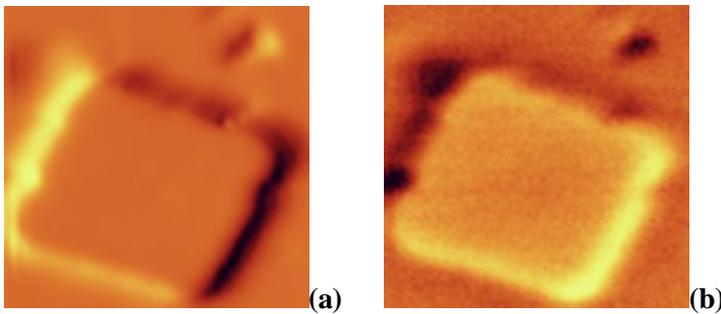
Abbildung 14: (a) Topographiesignal, (b) Signal der mechanischen Amplitude und (c) zugehöriges elektrisches Amplitudensignal (alle  $5 \times 5 \mu\text{m}$ )

In den runden Vertiefungen, die in den Topographiebildern zu erkennen sind, ist das elektrische Amplitudensignal erhöht und spiegelt das Profil der Dotierkonzentration wider. Silizium ist ein Halbleiter, d.h. das Anlegen einer Spannung bewirkt aufgrund des Vorhandenseins von freien Ladungsträgern in den dotierten Regionen ein Wandern der Ladungen entlang des elektrischen Feldes. Dadurch bilden sich an der Oberfläche Bereiche mit größerer und kleinerer Ladungskonzentration, die eine größere Ausdehnung haben, als das bei metallischen Proben der Fall ist.

Je größer die Ladungsträgerkonzentration, umso kleiner wird der Bereich unter der Spitze, in dem Ausgleichsladungen zu den Ladungen der Spitze auftreten, was in einer höheren Kapazität zwischen Spitze und Probe und damit einem höheren elektrischen Signal resultiert.

Die runden Strukturen sind also nicht nur Vertiefungen, sondern gleichzeitig die dotierten Regionen der Probe [4].

Diese Technik ermöglicht die Vermessung von jeglichen flachen Bauteilen mit Gebieten verschiedener elektrischer Eigenschaften. So ist in Abb.15 eine dotierte Region auf einem Wafer zu erkennen, die einmal durch das mechanische und zum Vergleich durch das elektrische Amplitudensignal dargestellt ist.



**Abbildung 15:** (a) Mechanisches und (b) elektrisches Amplitudensignal von verschiedenen dotierten Regionen auf einem Wafer, auf dem die Aluminiumkontakte entfernt wurden (beide Bilder:  $6,953 \times 6,953 \mu\text{m}$ )

### 3 Das Rasterkraftmikroskop im Praktikum

Das Rasterkraftmikroskop soll im Rahmen des Laborpraktikums im Modul „Einführung in die Festkörperphysik“ eingesetzt werden. Ein solches Praktikum besteht aus insgesamt 33 Stunden in drei Wochen, verteilt auf drei mal drei Nachmittage. Während dieser Zeit lernen die Studenten in Zweiergruppen das Mikroskop kennen, machen Experimente und sammeln Bilder und Messwerte. Im Anschluss an den praktischen Teil wird ein Protokoll geschrieben, dessen Struktur üblicherweise von den Studenten frei gewählt wird.

In der schriftlichen Ausarbeitung sind die wesentlichen Elemente der Aufgabenstellung, der theoretische Hintergrund, eine Beschreibung des Experimentes, die Darstellung und Auswertung der Messwerte und Bilder sowie eine Zusammenfassung bzw. Kritik enthalten. Diese abschließende Auseinandersetzung mit den Themen des Praktikums beträgt vom Umfang her etwa 10 Seiten (darin ist der Anhang, in dem Messwerte und Graphen aufgelistet sind, noch nicht enthalten) und ist innerhalb von 3 Wochen abzugeben.

Das im Praktikum verwendete Rasterkraftmikroskop bietet, wie aus der Beschreibung im vorigen Kapitel deutlich geworden ist, viele verschiedene Möglichkeiten Proben zu untersuchen. In den für den Praktikumsversuch ausgewählten Experimenten mit den dazugehörigen Versuchsanleitungen (siehe Anhang) soll zum einen ein allgemeiner Überblick über die wesentlichen Messmethoden des AFM gegeben, zum anderen aber auch ein gewisses Detailwissen in einem eingegrenzten Bereich vermittelt werden.

Der Versuch ist in seinem groben Aufbau zweigeteilt: In einem einführenden Teil lernen die Studenten das verwendete AFM mit der Mess- und Auswertungssoftware auf dem nebenstehenden Computer kennen und arbeiten dabei in den zwei grundlegenden Messmodi, dem Kontakt- und dem dynamischen Modus. Damit sollen sie das elementare Prinzip von AFM-Messungen verstehen und erhalten gleichzeitig eine Routine beim Experimentieren, die ihnen für die weiteren Experimente hilft, in denen die Physik komplexer wird. Denn im darauf folgenden Abschnitt werden speziellere Verfahren zur Messung einer bestimmten physikalischen Eigenschaft von Proben angewandt, von denen ich vier verschiedene ausgearbeitet habe:

1. **Lateral Force Microscopy (LFM)** zur Messung von Reibungskontrasten
2. **Force Modulation** zur Erstellung von Elastizitätsprofilen und Bestimmung von Elastizitätsmodulen
3. **Magnetic Force Microscopy (MFM)** zur Darstellung von magnetischen Domänen
4. **Electrical Force Microscopy (EFM)** zur Darstellung von dotierten Bereichen und Regionen mit unterschiedlichen elektrischen Eigenschaften

Die Studierenden werden im Anschluss an die grundlegenden Experimente im Praktikum nur einen dieser weiterführenden Versuche durchführen. So reduziert sich die Theorie auf ein physikalisches Themengebiet, auf dem die Konzentration liegt, und das dann besser verstanden wird.

Ich habe bewusst diese Strukturierung gewählt, obwohl sie auf Kosten eines mehrmaligen Wechsels der Messmodus geht, weil die Vorteile klar auf der Seite der inhaltlichen und messtechnischen Seite liegen: Zuerst werden die Studenten mit dem AFM und der Software an sich vertraut und lernen nebenbei noch die Grundzüge der Bildentstehung kennen und können dann, wenn es nicht mehr so sehr auf die technischen sondern eher auf die physikalischen Aspekte des weiterführenden Experiments ankommt, von der gewonnenen Erfahrung profitieren.

Abhängig vom Geschick der Experimentierenden variiert der Zeitaufwand für die verschiedenen Versuchsteile stark. Allgemein sind für den grundlegenden ersten Versuchsteil eineinhalb Wochen eingeplant, also in etwa vier Nachmittage, davon jeweils zwei für jeden Modus, der Rest entfällt auf den weiterführenden Versuch. Diese Zeit ist so bemessen, dass für langsamere Gruppen genügend Zeit zum Aufnehmen von Messwerten und Bildern bleibt und schnellere Studenten Zeit zum Ausprobieren bekommen, mehr Proben untersuchen und vergleichen oder tiefer in ein Themengebiet einsteigen.

Weil es im Voraus schwer abzuschätzen ist, wie lange bestimmte Messungen dauern, weil viel schief gehen aber auch alles auf Anhieb funktionieren kann, sollen die Aufgaben in den Versuchsanleitungen

keineswegs der Reihe nach Frage für Frage beantwortet werden. Vielmehr dienen die teilweise offen gestellten Fragen als Anregung, über verschiedene Aspekte und Probleme nachzudenken und in selbst gewählter Form in die Auswertung zu integrieren. So können einige Studenten auf ein detaillierteres Hintergrundwissen, sei es aus der Vorlesung oder selbst erarbeitet, zurückgreifen und daher Fragen tiefer gehend beantworten als andere.

Prinzipiell sollte es mit Hilfe der Anleitungen und dem Handbuch zum Mikroskop möglich sein, die Versuche durchzuführen. Da zugunsten der Übersichtlichkeit und Kürze der Anleitung auf das Beschreiben aller Details der Software und des Mikroskops verzichtet wurde, wird an den Stellen, an denen ein Blick ins Handbuch nicht schaden könnte, auf entsprechende Seiten verwiesen.

Dennoch hat auch der Test der Anleitung durch zwei Studenten gezeigt, dass es sinnvoll ist, nach einer ersten Einweisung durch den Betreuer zusammen mit den Studenten die ersten Bilder und Messungen zu starten, da durch Vorführen zusätzlich zum Lesen in Textform die Abläufe einer Messung besser behalten werden. Die Beschreibung in der Anleitung kann dann zum Nachlesen dienen, was vor allem dann relevant wird, wenn der Messmodus gewechselt wird und ein Verfahren erneut in Erinnerung gerufen werden muss.

Vor Beginn des Praktikums sollten die Studenten schon die Versuchsanleitung der grundlegenden Versuche erhalten. Die Anleitung enthält eine kurze Beschreibung eines Rasterkraftmikroskops und schlägt Literatur zur Vorbereitung vor, die allgemein gehalten, sprich nicht zu lang, ist und einen guten Überblick schafft:

- Alessandrini, P. Facci: „AFM: A versatile tool in biophysics“, Meas. Sci. Technol. 16 (2005), R65-R92
- Wikipedia: „Rasterkraftmikroskopie“
- AFM-Hersteller Veeco Instruments Inc.: „A Practical Guide to SPM“ von [www.veeco.com](http://www.veeco.com)
- AFM-Hersteller NT-MDT Co.: <http://www.ntmdt.com/SPM-Techniques/index.html>

Der erste Artikel ist etwas lang, dennoch bieten die ersten Seiten eine ausführliche Beschreibung der wichtigsten Techniken und Modi. Außerdem bekommt man im hinteren Abschnitt eine Idee, wie das Rasterkraftmikroskop sonst noch in der Forschung eingesetzt werden kann, z.B. zur Bestimmung der Bindungsenergie von Wasserstoffbrückenbindungen zwischen den Basenpaaren der Komplementärstränge einer DNA.

Der Wikipedia-Artikel ist lesenswert und stellt die wesentlichen Elemente des Mikroskops und die Messtechniken kurz aber korrekt dar.

Die Internetseiten bieten einen ausführlicheren Überblick und können mit einfach gehaltenen Animationen die Studenten auf visuellem Weg ansprechen, was für manche die schwierigeren Messtechniken verständlicher machen könnte.

### **3.1 Begründung der Grundlagenversuche**

Die Anleitung der grundlegenden Versuche zum Kontakt- und dynamischen Modus ist siebeneinhalb Seiten lang. Ein großer Teil davon ist eine ausführliche Beschreibung zur Bedienung des im Praktikum verwendeten AFM und zum Umgang mit der benötigten Software. Das soll dafür sorgen, dass die Versuchsdurchführung nicht durch Schwierigkeiten im Umgang mit Material und Technik behindert wird, und erlaubt damit verbunden eine größere Unabhängigkeit der Experimentierenden vom Betreuer (vgl. [11]). Darüber hinaus sind Bilder der wichtigsten Kontroll- und Parameterfenster in den Text integriert, um sie vor allem zu Beginn der Experimentierphase, wenn die Software noch unbekannt ist, auf dem Computer schneller wiederzuerkennen.

Da der Text aufgrund seiner Ausführlichkeit doch recht lang ist, sind die Namen der verschiedenen Fenster an den Stellen, an denen sie benötigt werden, fett gedruckt, damit eine Orientierungshilfe zusätzlich zu den Absätzen vorhanden ist. Um ferner Beschädigungen des AFM und Bedienungsfehlern vorzubeugen, sind wichtige Hinweise optisch durch Fettdruck und Umrahmung hervorgehoben.

Zu Beginn der Versuche geht es hauptsächlich um ein Variieren der Scan-Parameter und das Verständnis deren Zusammenspiels für das Aufnehmen guter Bilder. Um den Studenten einen Anhaltspunkt dafür zu geben, wann ein Bild „gut“ ist, sind einige selbst gemachte Beispielbilder in die Anleitung eingefügt.

Im Anschluss werden dann im Kontaktmodus mit Hilfe der gemachten Bilder die Kräfte zwischen Spitze und Probe untersucht, auf deren Grundlage überhaupt erst Bilder mit dem Rasterkraftmikroskop gemacht werden können. Die Studenten sollen mit ihrem Wissen aus den ersten Wochen der Festkörperphysik-Vorlesung die Art der dominanten Wechselwirkung beurteilen, selbst Kraft-Abstands-Kurven aufnehmen und einen konkreten Zahlenwert für die Kontaktkraft im Experiment bestimmen, um eine Idee über die Größenordnung zu bekommen. Zusätzlich wird die Messung auf verschiedenen Oberflächen durchgeführt, um schon hier materialspezifische Abhängigkeiten der AFM-Signale aufzuzeigen, dass also nicht nur die Topographie einer Probe vermessen werden kann, sondern sowohl aus punktwisen Vermessungen als auch aus anderen Signalen beim Scannen – wie die Studenten in den weiterführenden Versuchen ausprobieren werden – Informationen über Materialeigenschaften gewonnen werden können.

Im dynamischen Modus liegt der Fokus erneut auf dem Verständnis der qualitativen Bildentstehung, das durch eine Amplituden-Abstandsmessung ergänzt wird, um die Größe von Schwingungsamplitude und Längenskala der Wechselwirkung abzuschätzen.

Es sollte deutlich geworden sein, dass auf Transparenz bezüglich der Funktionsweise des AFM Wert gelegt wird [11]. Die Studenten werden in jedem Versuch aufgefordert, sich darüber Gedanken zu machen, wie die verschiedenen Bilder, die sie während eines Scans erhalten haben, entstanden sind. Dies kann schon während des Scannens geschehen, denn meistens ist dann genügend Zeit, über die Fragen mit seinem Partner zu diskutieren. Überhaupt lässt sich ein großer Teil der Auswertung schon im Praktikum machen, was den Vorteil hat, dass Messungen z.B. bei Verständnisproblemen ganz einfach wiederholt werden können. Dabei soll das qualitative Verständnis vor mathematischen Beschreibungen und Berechnungen Vorrang haben, obwohl einigen typischen Rechnungen mit Fehlerabschätzung genauso zum Arbeiten mit dem AFM dazugehören und daher auch einen Platz in der Anleitung gefunden haben.

In den Versuchsanleitungen wurde auf eine Beschreibung der physikalischen Theorie fast komplett verzichtet, das Prinzip des jeweiligen Verfahrens ist zu Beginn des entsprechenden Kapitels kurz erläutert und die Erklärung der Elektronik ganz weggelassen, weil sie den Rahmen einer Anleitung deutlich sprengen würde und nichts mit dem Prinzip der AFM-Technik an sich zu tun hat. Vielmehr sollen die Studenten die notwendige Theorie selbst erarbeiten und die einfachen Abhängigkeiten aus den Experimenten erschließen.

Das Arbeiten an einem Computer mit Messsoftware bietet eine direkte Verknüpfung von Theorie und Praxis während des Experiments an [11]: Zum einen kann der Einfluss der Scan-Parameter am besten durch das Experiment an sich herausgefunden werden, zum anderen wird die Kenntnis über das Funktionsprinzip und die Abhängigkeit verschiedener Größen voneinander schon während des Experiments benötigt, z.B. für die Festlegung des Set Points oder der Kontaktkraft. Durch „learning by doing“ und das angeleitete Ausprobieren extremer Parameterwerte kann das Messprinzip besser verstanden werden als es jede schriftliche Beschreibung erreichen könnte.

## **3.2 Begründung der weiterführenden Versuche**

Die weiterführenden Versuche sind nach physikalischen Gebieten aufgeteilt: Reibungs-, Elastizitäts-, magnetische und elektrische Messungen. Dabei wurde versucht, die Versuche so zu konzipieren, dass sie vom Aufwand her in eineinhalb Wochen durchführbar sind und die Studenten interessante und weiterverwertbare Daten aufnehmen, um eine gute Auswertung zu schreiben.

Wenn möglich sollen die wesentlichen Aspekte eines Vertiefungsversuchs selbst entdeckt und nicht nur reproduziert werden. Eigentlich waren für die Anleitung kaum Bilder aus den selbst gemachten Experimenten vorgesehen, damit die Studenten nicht den Eindruck bekommen, dass ihre Aufgabe darin besteht, die Bilder wiederherzustellen. Doch die Tests haben gezeigt, dass es wichtig ist, von vornherein einen Hinweis zu bekommen, wie die zu erwartende Struktur aussieht, damit nicht

irrtümlicherweise Artefakte als die gewünschten Signale interpretiert werden. Außerdem lässt sich so die Qualität des eigenen Bildes hinsichtlich Schärfe und Auflösung abschätzen und mit einigem Ehrgeiz verbessern.

Die Anleitungen sind für sich zwischen zwei und vier Seiten lang, beziehen sich auf die zuvor durchgeführten grundlegenden Versuche und behandeln von der Software nur noch die Teile, die für die jeweiligen Messtechniken neu verwendet werden. Ansonsten ist der äußerliche Aufbau ähnlich.

In den LFM-Experimenten geht es darum, Unterschiede in den Reibungskoeffizienten der Oberfläche bildlich darzustellen. Die Software misst das seitliche Verdrillungssignal des Cantilevers, aus dem direkt Aussagen über Reibungseigenschaften gewonnen werden können. Die Studenten sollen Bilder von Proben aus verschiedenen Materialien machen und diese miteinander vergleichen, um zu qualitativen Aussagen zu kommen. Die Schwierigkeit besteht darin, „echte“ Reibungskontraste von „irrtümlichen“, also von der Topographie verursachten Signalen, zu unterscheiden.

Dieser Versuchsteil verzichtet auf mathematische Darstellungen und Berechnungen und sollte für alle Studenten gut geeignet sein. Er ist von der Theorie nicht sehr komplex und kann dann gewählt werden, wenn die grundlegenden Versuche schon sehr lange gedauert haben, damit die Studenten zeitlich nicht überfordert werden. Es bietet sich dann an, die Anzahl der zu untersuchenden Proben an die verbliebene Zeit anzupassen.

In den „Force Modulation“-Experimenten findet zunächst zur Einführung in die Messtechnik eine qualitative Auswertung statt, es geht also um die Frage, wie Regionen mit verschiedenem Elastizitätsmodul auf der gescannten Oberfläche erkannt werden können. Die Technik ist komplexer, da einige zusätzliche elektrische Komponenten wie ein Tiefpass das Optimieren weiterer Parameter fordern. Im Anschluss an das grundlegende Verständnis sollen, aufbauend auf den angefertigten Bildern mit Elastizitätskontrasten, konkrete Zahlenwerte für den E-Modul der einzelnen Materialien gemessen werden.

Dies erscheint mir ein sinnvoller Aufbau und eine Möglichkeit, mathematische Auswertung stärker in einen Versuchsteil zu integrieren. Obwohl die Herleitung vom mathematischen Aufwand her kompliziert ist – sie kann für interessierte Studenten beigelegt werden –, ist die Formel zur Berechnung des E-Moduls aus der Eindringtiefe der Spitze bei einer bestimmten Kraft mit einigen Konstanten „nur“ eine quadratische Abhängigkeit. Für die muss eine quadratische Ausgleichskurve zu einer gemessenen Kraft-Abstands-Kurve errechnet werden, was mit einem Tabellenkalkulationsprogramm und ein wenig Übung ganz einfach funktioniert. Zeitlich ist es möglich, mehrere Proben zu untersuchen, denn solche Kurven entstehen, wenn bereits ein Bild gescannt wurde, innerhalb von Sekunden und die Auswertung mit Berechnung des E-Moduls kann zu Hause geschehen.

„Force Modulation“ ist als weiterführender Versuch vor allem für Studenten interessant, die gerne Messreihen auswerten und im Umgang mit Ausgleichskurven und Tabellenkalkulationsprogrammen vertraut sind.

In den MFM-Messungen sollen magnetische Strukturen mit einem speziellen Messverfahren dargestellt werden. Sie erfordern etwas experimentelles Geschick, denn an manchen Tagen sind die schwachen Signale von magnetischen Domänen einfach nicht aufzulösen. Doch wenn es gelingt, können die Bilder eine gute Qualität erreichen, dauern jedoch auch länger als jedes andere Verfahren. In diesem Versuchsteil geht es hauptsächlich um das Verständnis der Bildentstehung und der Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe.

Für viele Studenten könnte die Faszination dieses Experimentes darin bestehen, dass sie mit einem vergleichsweise kleinen Mikroskop Strukturen mit einer Größe im  $\mu\text{m}$ -Bereich auflösen können, die mit dem menschlichen Auge bzw. Lichtmikroskop nicht sichtbar sind. Wenn für das vertiefende Experiment noch viel Zeit übrig ist, bieten sich die MFM-Messungen für experimentell begabte Studenten an, die gleichzeitig etwas Ausdauer mitbringen.

EFM-Experimente sind vom Messprinzip den MFM-Messungen sehr ähnlich. Die Herausforderung in diesem Versuchsteil besteht in der Beherrschung der vielen Parameter und dem Verständnis der Bildentstehung. Denn im Gegensatz zur Messung magnetischer Domänen wird zwischen Cantilever und Probe ein oszillierendes Potential geschaffen, wodurch noch mehr Signale aufgenommen werden als in den MFM-Experimenten. Je nachdem, wie tief in die Theorie eingestiegen wird, kann sie mit der

Differenzierung zwischen elektrischen Leitern und Halbleitern auf der Probenoberfläche komplexer werden.

Nach meinen Erfahrungen aus den Tests der Versuchsanleitungen gelingen die elektrischen Messungen besser als die magnetischen. Das soll heißen, dass die Studenten bei EFM-Experimenten schon von Beginn an die Strukturen erkennen können, die sie mit Hilfe des Variierens der Parameter scharf darstellen sollen, und so schneller ein „gutes“ Bild für ihre Auswertung bekommen.

Dennoch sind auch hier gute experimentelle Fähigkeiten gefordert, um das Zusammenwirken der Parameter und die Abhängigkeiten der einzelnen Signale verstehen zu können.

Ich habe versucht, die einzelnen Versuche so aufzubauen, dass jeder Student einen für sich passenden findet. Sowohl theoretisch interessierte als auch experimentell begabte Studierende sollen von einem Experiment angesprochen werden.

Jeder dieser Versuchsteile sollte die Möglichkeit geben, in ein bestimmtes Themengebiet mit den entsprechenden AFM-Messmethoden einzusteigen und eine Vorstellung davon zu bekommen, wie das Rasterkraftmikroskop in der Forschung genutzt werden kann.

## 4 Literaturverzeichnis

- [1] D. Meschede: „Gerthsen Physik“, 22. Auflage
- [2] K. Kopitzki, P. Herzog: „Einführung in die Festkörperphysik“, 6. Auflage
- [3] „Anfatec Level-AFM Description“
- [4] Anfatec Versuchsanleitungen
- [5] A. Alessandrini, P. Facci 2005: „AFM: A versatile tool in biophysics“, Meas. Sci. Technol. 16 (2005) R65-R92
- [6] Veeco Instruments Inc.: „A Practical Guide to SPM“ von [www.veeco.com](http://www.veeco.com) (27.07.2009)
- [7] W. Richter 2009: „Rasterkraftmikroskop (AFM)“, Physikalisches Institut der Universität Bayreuth (Physikalisches Praktikum für Fortgeschrittene)
- [8] S. Brieger, M.-S. Rill 2003: „Rasterkraftmikroskopie (AFM)“, Universität Ulm (Fortgeschrittenenpraktikum der Physik)
- [9] I. Alvarado 2006: „Procedure to Perform Magnetic Force Microscopy (MFM) with Veeco Dimension 3100 AFM“ von <http://164.67.193.121/machinefiles/pdf/MFM.pdf> (15.06.2009)
- [10] I.N. Sneddon 1965: „The Relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq Problem for a punch of arbitrary profile“, Int. J. Eng. Sci. 3, S.47-57, Pergamon Press
- [11] H. Theyßen: „Physik für Mediziner – real und hypermedial, Konzeption und Evaluation eines in Inhalten, Methodik und Medieneinsatz adressatenspezifischen Physikpraktikums“, PhyDid 1/5 (2006) S.35-44

## 5 Quellenverzeichnis der Abbildungen

### Kapitel 2:

- [1] S.K. Kaliappan 2007: „Characterization of Physical Properties of Polymers Using AFM Force-Distance Curves, Dissertation zur Erlangung des Grades eines Doktors der Naturwissenschaften“, Universität Siegen
- [2] von <http://www.anfatec.de/> (17.09.2009)
- [3] Veeco Instruments Inc.: „A Practical Guide to SPM“ von [www.veeco.com](http://www.veeco.com), S.10 (ohne Beschriftung)
- [6] (a) Anfatec Versuchsanleitungen: „LFM.odt“, (b) Veeco Instruments Inc.: „A Practical Guide to SPM“ von [www.veeco.com](http://www.veeco.com), S.12
- [7] Veeco Instruments Inc.: „A Practical Guide to SPM“ von [www.veeco.com](http://www.veeco.com), S.13
- [11] Veeco Instruments Inc.: F.M. Serry et al. 2004: “Electric Force Microscopy, Surface Potential Imaging and Surface Electric Modification with the Atomic Force Microscope (AFM) von [http://www.veeco.com/pdfs/appnotes/AN27\\_EFMSurfPot\\_260.pdf](http://www.veeco.com/pdfs/appnotes/AN27_EFMSurfPot_260.pdf) (15.06.2009)
- [12] Veeco Instruments Inc.: „A Practical Guide to SPM“ von [www.veeco.com](http://www.veeco.com), S.13

### Anhang:

Grundlegende Versuche:

- [1] S.K. Kaliappan 2007: „Characterization of Physical Properties of Polymers Using AFM Force-Distance Curves, Dissertation zur Erlangung des Grades eines Doktors der Naturwissenschaften“, Universität Siegen

MFM und EFM:

- [1] Veeco Instruments Inc.: F.M. Serry et al. 2004: “Electric Force Microscopy, Surface Potential Imaging and Surface Electric Modification with the Atomic Force Microscope (AFM) von [http://www.veeco.com/pdfs/appnotes/AN27\\_EFMSurfPot\\_260.pdf](http://www.veeco.com/pdfs/appnotes/AN27_EFMSurfPot_260.pdf) (15.06.2009)

Alle Bilder der Software stammen aus den Anfatec Versuchsanleitungen, die restlichen Bilder und Graphen sind selbst erstellt.

# 6 Anhang

## Rasterkraftmikroskopie (AFM)

- 1 Vorbereitende Literatur
- 2 Grundlegende Versuche
  - 2.1 Der Kontakt-Modus
    - 2.1.1 Optimieren der Parameter
    - 2.1.2 Welche Kräfte wirken zwischen Spitze und Probe und in welcher Größenordnung liegen sie?
    - 2.1.3 Ändert sich die Kraftkurve an verschiedenen Punkten der Oberfläche?
  - 2.2 Der dynamische Modus
    - 2.2.1 Die Resonanzkurve und der Gütefaktor
    - 2.2.2 Die Abstandsabhängigkeit der Amplitude
- 3 Weiterführende Versuche
  - 3.1 Lateral Force Microscopy (LFM)
    - 3.1.1 Untersuchung verschiedener Proben
    - 3.1.2 Auswertung
  - 3.2 Force Modulation
    - 3.2.1 Darstellung von Elastizitätsunterschieden
    - 3.2.2 Bestimmung des Elastizitätsmoduls aus der Kraftkurve
  - 3.3 Magnetic Force Microscopy (MFM)
    - 3.3.1 Der „Fly“-Modus (2<sup>nd</sup> trace mode)
    - 3.3.2 Untersuchung von Proben
  - 3.4 Electrical Force Microscopy (EFM)
    - 3.4.1 Der „Fly“-Modus (2<sup>nd</sup> trace mode)
    - 3.4.2 Das Prinzip der EFM-Messungen
    - 3.4.3 Untersuchung verschiedener Proben

## Glossar

# Rasterkraftmikroskopie (AFM)

In diesem Versuch werden Sie das Rasterkraftmikroskop (engl. Atomic Force Microscope) mit seinen wichtigsten Messmethoden und seiner Auswertungssoftware kennen lernen.

Die Versuchsdurchführung ist dabei zweigeteilt:

Zunächst werden Sie sich mit dem Aufbau und dem allgemeinen Messprinzip des AFM vertraut machen und einige Bilder in den beiden grundlegenden Modi, dem Kontakt-Modus (engl. Contact Mode) und dem dynamischen Modus (engl. Dynamic Mode/ Non-Contact Mode), machen sowie spektroskopische Kurven aufnehmen und interpretieren.

Im zweiten Teil sollen Sie dann Ihr erworbenes Wissen in einem stärker eingegrenzten Gebiet anwenden und mithilfe einer auf den grundlegenden Modi aufbauender Messmethode Proben auf ihre physikalischen Eigenschaften untersuchen.

Betrachten Sie die Fragen als Anregung, über wesentliche Aspekte des Experiments mit Ihrem Partner zu diskutieren.

## 1 Vorbereitende Literatur

Um einen Überblick zu bekommen, wie ein AFM aufgebaut ist und was damit alles gemessen werden kann, ist folgende Literatur empfehlenswert:

- A. Alessandrini, P. Facci: „AFM: A versatile tool in biophysics“, Meas. Sci. Technol. 16 (2005), R65-R92
- Wikipedia: „Rasterkraftmikroskopie“
- AFM-Hersteller Veeco Instruments Inc.: „A Practical Guide to SPM“ von www.veeco.com
- AFM-Hersteller NT-MDT Co.: <http://www.ntmdt.com/SPM-Techniques/index.html>  
Dort finden Sie auch Animationen zu den verschiedenen AFM-Messmodi.
- Handbuch zum im Praktikum verwendeten AFM; liegt an Ihrem Arbeitsplatz

## 2 Grundlegende Versuche

Das Rasterkraftmikroskop, englisch Atomic Force Microscope (AFM), ist ein Rastersondenmikroskop, das mit einer Messspitze die Oberfläche einer zu untersuchenden Probe Zeile für Zeile abrastert.

Dazu wird die Spitze, die auf einer kleinen Blattfeder, dem Cantilever, sitzt, mithilfe von piezoelektrischen Elementen rasterförmig über die Oberfläche bewegt. Entsprechend der Oberflächenstruktur verbiegt sich der Cantilever dabei unterschiedlich stark.

Um diese Verbiegungen genau messen zu können, ist ein Laserstrahl auf das freie Ende des Cantilevers gerichtet und wird von dort zunächst in die Mitte eines Photodetektors reflektiert, der in vier Bereiche unterteilt ist: oben links (tl), oben rechts (tr), unten links (bl) und unten rechts (br).

Ändert sich die Biegung des Cantilevers, wandert der reflektierte Laserspot auf dem Photodetektor wie bei einem Lichtzeiger (vgl. Abb.1).

Durch Messen der Intensitäten

$$I_{T-B} = I_{top} - I_{bottom}, \quad I_{L-R} = I_{left} - I_{right}$$

$$\text{und } I_{sum} = I_{tl} + I_{tr} + I_{bl} + I_{br}$$

lassen sich vertikale (T-B) und horizontale (L-R) Verbiegungssignale bestimmen.

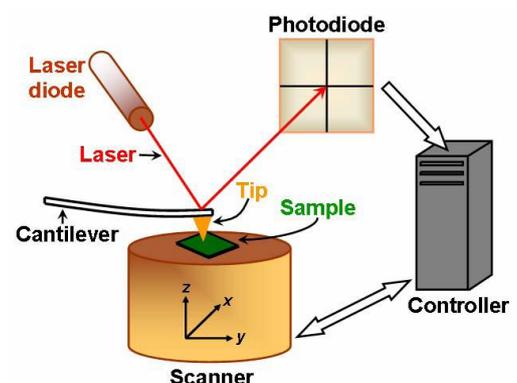


Abbildung 1: Prinzip des Lichtzeigers

Um quantitative Daten über die Oberfläche erhalten zu können, wird die Verbiegung und damit die Kraft zwischen Probe und Cantilever über eine Regelschleife in einem Proportional-Integral-Regler konstant gehalten und die Höhe des Cantilevers senkrecht zur Probenoberfläche nachgeregelt. Auf dieser Grundlage kann der Computer ein Höhenprofil des abgerasterten Gebietes erstellen.

Besprechen Sie zunächst mit Ihrem Betreuer den Aufbau des im Praktikum verwendeten AFM. Vom Hersteller sind einige Proben, Spitzen und Werkzeug zur Einstellung sowie ein Handbuch mitgeliefert, in dem Sie bei Fragen und Problemen nachschlagen können.

Die Bezeichnungen und Aufgaben der verschiedenen Bestandteile des AFM finden Sie im Handbuch auf den Seiten 11-15.

## 2.1 Der Kontakt-Modus

Starten Sie zuerst die „Contact-Mode“-Software auf dem Desktop des beistehenden Computers. In der Kopfzeile finden Sie einige Buttons, die Ihnen Kontroll- und Parameterfenster zur Verfügung stellen.

Öffnen Sie das **Kamera-** und das **„Crosshairs“-Fenster**, die Sie in allen Versuchen zur Einstellung der Spitze benötigen werden (Abb.2 und 3).



Abbildung 2: „Crosshairs“-Button

Lassen Sie sich dann von Ihrem Betreuer einen Cantilever einsetzen (Handbuch S. 13/14). Für Contact-Mode-Experimente wird aufgrund des größeren Drehmoments der längere Cantilever **CSC17** verwendet.

**Ein Cantilever ist teuer und die Spitze kann leicht abbrechen. Wechseln Sie den Cantilever während Ihres Praktikums daher erst allein, wenn Sie den Einbau mit alten Cantilevern geübt haben und darin sicher geworden sind. Fragen Sie Ihren Betreuer nach den gebrauchten Cantilevern.**

Kontrollieren Sie im **Kamerabild**, ob der Cantilever mittig sitzt.

Zur Justage lässt sich der Laser im „Crosshairs“-Fenster ausschalten. Die LEDs zur Beleuchtung des Kamerabildes lassen sich direkt am AFM regeln.

Jetzt müssen Sie noch den Laserstrahl einstellen, sodass er vom Cantilever optimal ins Zentrum des Photodetektors reflektiert wird.

Dazu verstellen Sie als erstes mit den Schrauben auf der Oberseite des AFM-Kopfes den Laser, sodass der Strahl auf den unteren Teil des Cantilevers trifft (Kamerabild, Abb.4).

Das Intensitätssignal, das Sie im **„Crosshairs“-Fenster** (Abb.5) ablesen können, sollte dabei einen Wert von mindestens 5000 mV erreichen.



Abbildung 3: Der Kamera-Button

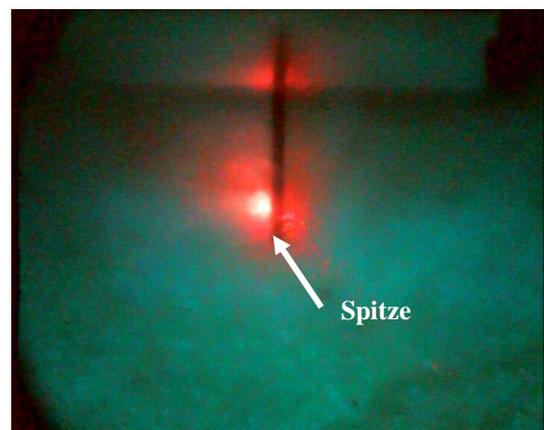


Abbildung 4: Das Kamerabild

Regeln Sie danach den Photodetektor mit den entsprechenden Schrauben so, dass der Laserspot im „**Crosshairs**“-Fenster in der Mitte bei  $x=0$  und  $y=0$  liegt (Handbuch S. 15 und 44).

Vergrößern Sie dazu die Skalierung (Gain) schrittweise von 1 auf 100 und zentrieren Sie den Laserspot jedes Mal neu. Achten Sie darauf, dass die Intensität maximal bleibt.

Wenn das Signal „T-B“ nicht in der Nähe von Null ist, erhält der LockIn-Verstärker ein zu großes Input-Signal und das Output-Signal wird Null. Bei wachsender Intensität färbt sich der Punkt grün, bei sinkender Intensität rot.

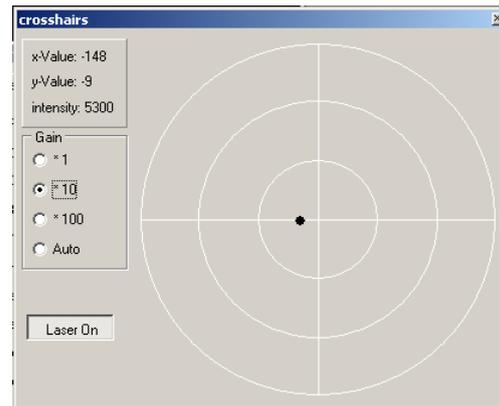


Abbildung 5: Das „Crosshairs“-Fenster

Jetzt können Sie die Probe einsetzen. Wählen Sie für den Anfang eines der Gitter **UMG01-03** und setzen Sie den AFM-Kopf auf die Millimeterschrauben. Achten Sie darauf, dass weder der Cantilever noch ein anderer Teil an den Probenhalter stößt und fahren Sie die Spitze mit dem Joystick dicht an die Probenoberfläche, bis Sie im Kamerafenster sehen, dass der von der Probe reflektierte Laserpunkt die Spitze von unten berührt.

**Vorsicht, dass die Spitze nicht aufsetzt! Sie bricht sofort ab!**

Mit den beiden Inbusschlüsseln können Sie die Probe so ausrichten, dass der zentrale Teil des Gitters unter der Spitze liegt (Kamerabild). Eventuell müssen Sie den Photodetektor noch einmal nachregeln.

Legen Sie nun die **Scan-Parameter** fest (Handbuch S.36/37).

Wählen Sie für Ihr erstes Bild folgende Werte:

- Ref. (Set Point des T-B-Signals): +500 mV
- Integrale Feedback-Konstante  $K_i$ :  
100 beim Annähern (Klicken Sie auf die Buchstaben  $K_i$ : der Wert auf blauem Hintergrund wird beim Annähern verwendet) und 1000 beim Scannen (grauer Hintergrund)
- Die Proportional-Konstante  $K_p$  hat kaum Einfluss auf die Bilder (einfach so lassen)
- Bias: 0 mV
- Range: 10  $\mu\text{m}$
- Scan Speed: 2 Linien/s

Kontrollieren Sie den Feedbackmodus in „Options/Feedback“ („**AFM Contact Mode**“).



Nun nähern Sie die Spitze mit „Auto Approach“ an. Nach Abschluss des Vorgangs färbt sich die Spitze grün wie in Abb.6,...



...und Sie können Ihr erstes Bild scannen.

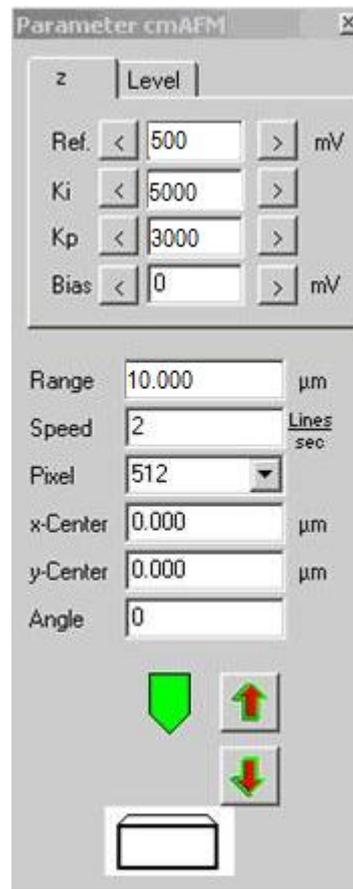


Abbildung 6: Das Parameterfenster

## 2.1.1 Optimieren der Parameter

Sie werden feststellen, dass Ihre erhaltenen Bilder verschwommene Kanten des Gitters aufweisen. Bei AFM-Bildern ist die Qualität der Bilder zum großen Teil von den gewählten Scan-Parametern abhängig. Versuchen Sie daher den Zusammenhang zwischen der Scan-Geschwindigkeit und dem Feedback-Parameter  $K_i$  herauszufinden, indem Sie

1. den Feedback-Parameter  $K_i$ , der die Reaktionsgeschwindigkeit des Feedbacks beschreibt, variieren, bis Sie mit dem erhaltenen Resultat zufrieden sind. Speichern Sie in diesem Teil drei Bilder: eins mit viel zu kleinem  $K_i$  (dort sind die Kanten verschwommen, weil das Feedback zu langsam reagiert), eins mit viel zu großem  $K_i$  (hier ist das Feedback zu empfindlich auf Höhenänderungen und an den Kanten werden Schwingungen sichtbar) sowie ein Bild, in dem  $K_i$  optimal gewählt ist.

**$K_i$  ist üblicherweise eine Zahl zwischen 0 und einigen Tausend.**

Am einfachsten ist es, einen Streifen zu scannen, bis die Struktur gut zu erkennen ist, und während des Scan-Vorgangs  $K_i$  langsam zu verändern. So können Sie die verschiedenen Bildabschnitte miteinander vergleichen.

2. Bilder mit verschiedenen Scan-Geschwindigkeiten (zwischen 0.5 und 5 Linien/s) machen.

Notieren Sie sich für spätere Bilder die optimalen Parameter.

**Im Kontakt-Modus befindet sich die Spitze in ständigem Kontakt mit der Probenoberfläche. Achten Sie daher bei allen Experimenten darauf, dass Sie die Spitze nach Fertigstellung eines Bildes zurückfahren, damit sie durch Drift nicht mit der Probe kollidiert!**

## 2.1.2 Welche Kräfte wirken zwischen Spitze und Probe und in welcher Größenordnung liegen sie?

Nachdem Sie nun erste Bilder gemacht und eine Idee von den Scan-Parametern bekommen haben, sollen jetzt die Wechselwirkungen zwischen Spitze und Probe näher untersucht und damit die Bildentstehung besser verstanden werden.

Nutzen Sie dazu Ihr zuvor gemachtes Bild aus 2.1.1 und lassen Sie die Spitze angenähert.

Ziehen Sie mit der Maus das Topographiebild in den linken Teil des „Select“-Fensters (Abb.7, öffnen mit Pfeil-Button in der Kopfzeile).

Wählen Sie einen Punkt auf der Probe aus, in dem Sie die Kraft zwischen Spitze und Oberfläche bestimmen wollen (Klick auf gelben Button und dann Klick auf einen Punkt im Bild, Handbuch S. 48).

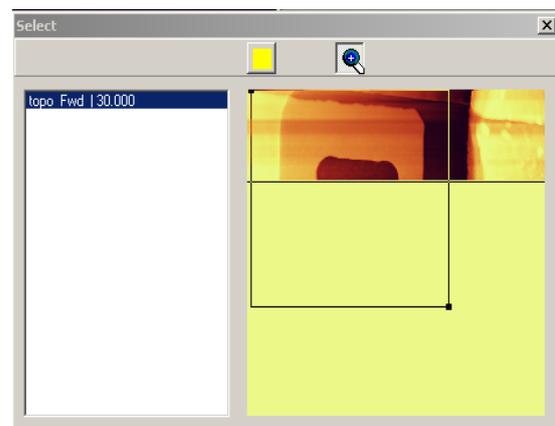
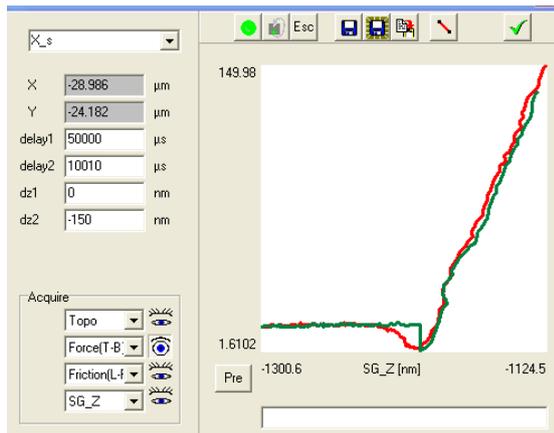


Abbildung 7: Das „Select“-Fenster



Abbildung 8: Der Spektroskopie-Button

Öffnen Sie dann das **Spektroskopie-Fenster** (Abb.8/9; Handbuch S. 40-43).



**Abbildung 9:** Das Spektroskopie-Fenster

Nehmen Sie eine Kraft-Abstands-Kurve auf, indem Sie oben links „X\_s“ auswählen und die Messung starten.

Unter Optionen (grüner Haken) können Sie mit „full cycle“ eine Annäherungs- und eine Rückzugskurve erhalten.

**WICHTIG: dz2 braucht ein negatives Vorzeichen, schließlich wollen Sie die angenäherte Spitze zuerst zurückfahren!**

Das Signal „T-B“, das Sie auf der Hochachse erhalten, ist proportional zur Kraft.

Ihre Kraftkurve sollte so ähnlich wie in der Abbildung aussehen. Interpretieren Sie Ihre Kurve:

1. Wie entstehen die einzelnen Abschnitte? Greifen Sie auf die Ihnen aus der Vorlesung bekannte Theorie der zwischenatomaren Wechselwirkung zurück. Welche Wechselwirkung ist hier die dominante?
2. Berechnen Sie aus dem linearen Teil der Kurve und der Federkonstanten des Cantilevers (siehe Datenblatt) die Kontaktkraft zwischen Spitze und Probe und geben Sie eine Fehlerabschätzung an.

### 2.1.3 Ändert sich die Kraftkurve an verschiedenen Punkten der Oberfläche?

Wechseln Sie nun die Probe und verwenden Sie eine aus mehreren Materialien zusammengesetzte. Kontrollieren Sie wie zuvor das Crosshairs-Fenster und legen Sie die Scan-Parameter fest. Nähern Sie die Spitze an und nehmen Sie ein „gutes“ Bild auf (speichern nicht vergessen).

Wählen Sie wie bei Ihrer letzten Probe Punkte zur Kraft-Abstands-Messung aus und speichern Sie die Kraftkurven für verschiedene Punkte auf der Oberfläche.

Wie kann man aus den Kraftkurven Informationen über die Probenmaterialien herauslesen?

## 2.2 Der dynamische Modus

Ein weiteres wichtiges Messverfahren ist der dynamische Modus, in dem die Spitze nicht mehr im Kontakt mit der Probe ist. Der Cantilever wird extern zur Schwingung angeregt und die Frequenz manuell so ausgewählt, dass er in Resonanz oszilliert.

Der Gütefaktor  $Q$  ist ein Maß für die verlorene Schwingungsenergie des Cantilevers durch die aus der Interaktion mit der Probe resultierende Dämpfung. Je größer die Dämpfungskonstante  $\gamma$ , umso breiter ist der Resonanzpeak und umso kleiner ist der Gütefaktor. Abhängig vom Cantilever erhält man einen mehr oder weniger großen Gütefaktor, der sich ganz leicht aus der Resonanzkurve bestimmen lässt:

$$Q = \frac{f_0}{\Delta f}$$

(mit  $\Delta f$  : volle Halbwertsbreite,  $f_0$  : Resonanzfrequenz)

Nähert sich die Spitze der Probenoberfläche an, so vergrößert sich die Dämpfungskonstante und die Schwingungsamplitude wird kleiner. Gleichzeitig verändert sich die Phasenbeziehung zwischen Anregungs- und Schwingungsamplitude.

Wenn also während des Scannens eines Bildes der Abstand zwischen Spitze und Oberfläche so nachgeregelt wird, dass die Kraft auf den Cantilever konstant bleibt, lassen sich Topographie-, Amplituden- und Phasensignal aufzeichnen.

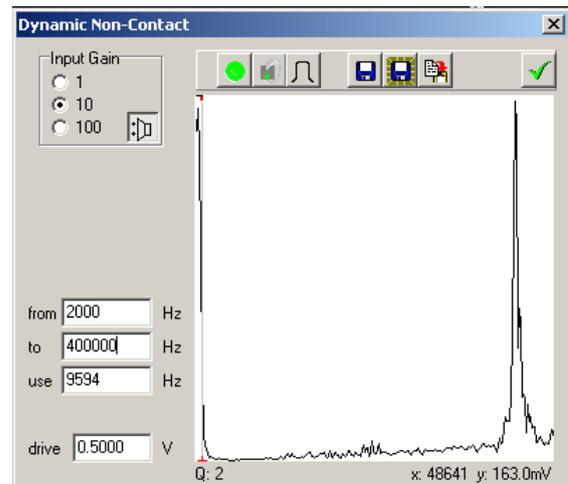


Abbildung 10: Das DNC-Fenster

### 2.2.1 Die Resonanzkurve und der Gütefaktor

Bauen Sie den kürzeren Cantilever **NSC15** ein und justieren Sie Laserstrahl und Photodetektor wie im Kontakt-Modus.

Wählen Sie als Probe ein weiteres Gitter, z.B. **UMG02**, und setzen Sie den AFM-Kopf auf das Mikroskop, nähern Sie die Spitze aber noch nicht an.

Für diesen Versuchsteil benötigen Sie die „Dynamic Mode“-Software (siehe Desktop).

Öffnen Sie das **DNC-Fenster** (Abb.10/11) und starten Sie die Messung eines Frequenzspektrums (Handbuch S.44/45). Eine typische Anregungsamplitude (drive) beträgt 0.1 V.

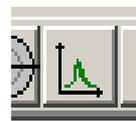


Abbildung 11: Der DNC-Button

Zoomen Sie so weit in das Spektrum, bis der Resonanzpeak das gesamte Fenster ausfüllt wie in Abb.12 und speichern Sie Ihr Ergebnis. Alle spektroskopischen Kurven, die Sie erhalten, können mit Tabellenkalkulationsprogrammen eingelesen und für Ihre Auswertung wieder graphisch dargestellt werden.

Berechnen Sie nun die Halbwertsbreite und den Gütefaktor Ihres Resonanzpeaks und geben Sie eine Fehlerabschätzung an. Messen Sie mehrmals und bilden Sie dann den Mittelwert, weil sich das Resonanzspektrum bei jeder Messung leicht ändert.

Mithilfe der folgenden Formeln lässt sich eine optimale Scan-Geschwindigkeit für die nächsten Bilder errechnen:  
 Zeitkonstante zur Aufnahme eines Pixels (in s/Pixel):

$$\tau = \frac{2\pi}{\Delta f}$$

Scan-Geschwindigkeit (in Linien/s):

$$v = \frac{1}{\tau \cdot n}$$

$n$ : Anzahl der Pixel in einer gescannten Linie

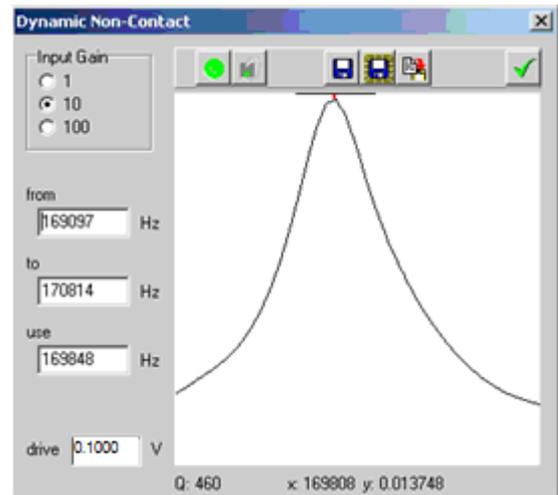


Abbildung 12: Vergrößerter Resonanzpeak

Wählen Sie nun „**AFM Amplitude R**“ als Feedback Modus (wieder unter Options/Feedback) und eine Referenzamplitude (Set Point für das Feedback) bei der Resonanzfrequenz. Dazu klicken Sie in das Spektrum auf Höhe der Resonanzfrequenz. Es erscheint eine senkrechte Linie bei der entsprechenden Frequenz mit einem Kreuz, das den Set Point angibt, der wiederum im Parameterfenster auftaucht. Ein guter Startwert ist die Hälfte der maximalen Amplitude.

Legen Sie die restlichen Parameter wie im Kontakt-Modus fest und nähern Sie die Spitze an.

**Bitte kontrollieren Sie, dass die Amplitude der elektrischen Anregung im „Multi Channel LockIn“-Fenster (Button in der Kopfzeile) auf Null gesetzt ist! Diese wird nur zu elektrischen Messungen benötigt.**

**Nehmen Sie nach jedem Wechsel eines Cantilevers erneut ein Resonanzspektrum auf, auch wenn der Cantilever vom gleichen Typ ist. Selbst das Spektrum ein und desselben Cantilevers kann sich während einer Messung verschieben!**

Jetzt können Sie Ihre nächsten Bilder machen; optimieren Sie die Scan-Parameter, um ein gutes Bild für Ihre Auswertung zu speichern.

Abbildung 13 zeigt einige Beispielbilder vom Gitter UMG02:

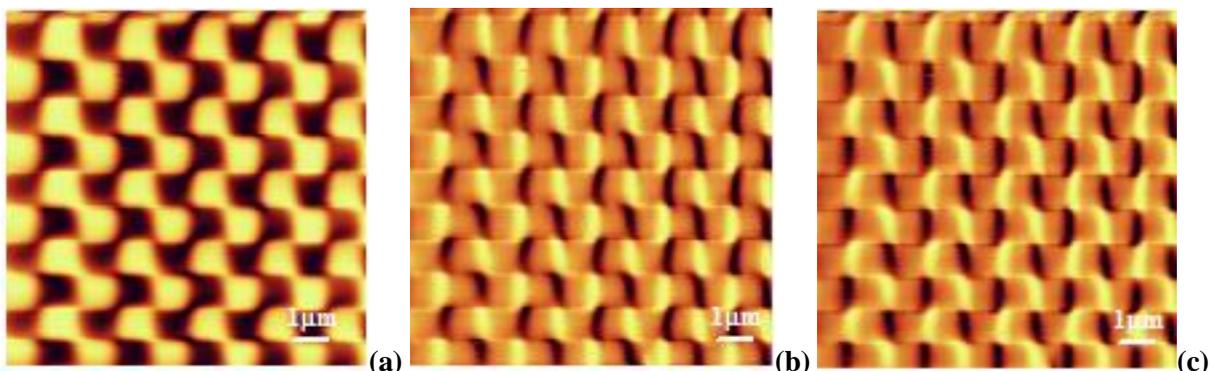


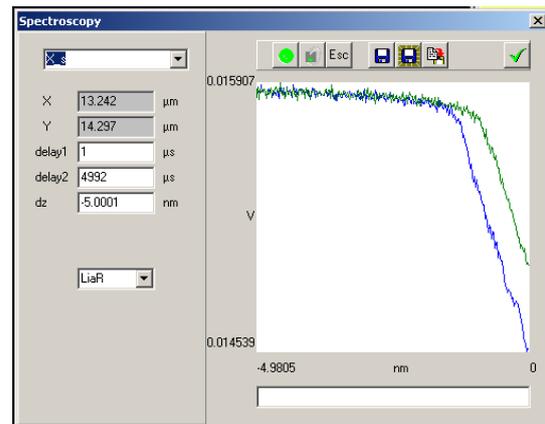
Abbildung 13: (a) Topographie-, (b) Amplituden- und (c) Phasensignal des Testgitters UMG02

## 2.2.2 Die Abstandsabhängigkeit der Amplitude

Wählen Sie nun wie zuvor im Kontakt-Modus einen Punkt zur genaueren Untersuchung auf dem Topographiebild aus und öffnen Sie das **Spektroskopiefenster**.

Nehmen Sie ein Amplituden-Abstands-Spektrum auf.

**Denken Sie daran, dz2 negativ zu wählen.**



**Abbildung 14:** Abstandsabhängigkeit der Amplitude im Spektroskopiefenster

Interpretieren Sie Ihr Resultat.

1. Über welchen Abstand von der Probe wächst die Amplitude von der festgesetzten (Set Point) zur freien Schwingungsamplitude?
2. Erläutern Sie das Prinzip der Bildentstehung mithilfe der Theorie der erzwungenen gedämpften Schwingung. Welche Größen bleiben konstant und welche ändern sich (Input/Output)?
3. Wie entstehen die Amplituden- und Phasensignale an den Kanten Ihres untersuchten Gitters?

## 3 Weiterführende Versuche

Nach dem Abschließen der grundlegenden Versuche können Sie einen der folgenden weiterführenden Versuche auswählen, in dem jeweils eine physikalische Eigenschaft der Probe genauer untersucht werden soll:

### 3.1 Lateral Force Microscopy (LFM)

Hier geht es um ein Verfahren, mit dem Reibungskontraste auf Oberflächen dargestellt werden können, d.h. Gebiete mit verschiedenen Reibungskoeffizienten bekommen in ihrer Darstellung jeweils eine andere Farbe bzw. Helligkeit.

Dieser Versuchsteil ist vergleichsweise leicht durchzuführen und benötigt nur wenig Theorie zur Auswertung, wird aber bei der Analyse von Proben aus verschiedenen Materialien interessant. Sie machen Bilder von unterschiedlichen Proben und vergleichen diese miteinander, um zu qualitativen Aussagen zu kommen. Die Schwierigkeit besteht darin, „echte“ Reibungskontraste von „irrtümlichen“, also von der Topographie verursachten Signalen, zu unterscheiden.

Wenn Sie für die grundlegenden Versuche schon viel Zeit gebraucht haben, bietet es sich an, diesen Versuchsteil zu wählen und die Anzahl der zu untersuchenden Proben zu reduzieren.

### 3.2 Force Modulation

Der Versuchsteil „Force Modulation“ legt einen Schwerpunkt auf die Berechnung von Elastizitätsmodulen und ist daher formellastiger als das LFM-Experiment. Die Messungen im Praktikum gehen schnell, doch die Nachbearbeitungszeit mit dem Darstellen und Auswerten von Messwerten zu Hause ist größer. In den „Force Modulation“-Experimenten findet zunächst zur Einführung in die Messtechnik eine qualitative Auswertung statt. Es geht also um die Frage, wie Regionen mit verschiedenem Elastizitätsmodul auf der gescannten Oberfläche erkannt werden können. Die Technik ist komplexer, da einige zusätzliche elektrische Komponenten wie ein Tiefpass das Optimieren weiterer Parameter fordern. Im Anschluss an das grundlegende Verständnis sollen, aufbauend auf den angefertigten Bildern mit Elastizitätskontrasten, konkrete Zahlenwerte für den E-Modul der einzelnen Materialien gemessen werden.

„Force Modulation“ sollte als weiterführender Versuch für Sie interessant sein, wenn Sie gerne Messreihen auswerten und im Umgang mit Ausgleichskurven und Tabellenkalkulationsprogrammen vertraut sind.

### 3.3 Magnetic Force Microscopy (MFM)

In den MFM-Messungen sollen magnetische Strukturen mit einem speziellen Messverfahren dargestellt werden. Sie erfordern etwas experimentelles Geschick und Ausdauer, denn an manchen Tagen sind die schwachen Signale von magnetischen Domänen einfach nicht aufzulösen. Doch wenn es gelingt, können die Bilder eine gute Qualität erreichen, dauern jedoch auch bis zu einer halben Stunde. In diesem Versuchsteil geht es hauptsächlich um das Verständnis der Bildentstehung und der Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe.

### 3.4 Electrical Force Microscopy (EFM)

EFM-Experimente, in denen – auf eine ähnliche Art wie in den MFM-Messungen – elektrische Eigenschaften der Oberfläche dargestellt werden, sind bisher immer auf Antrieb gelungen. Dennoch sind auch hier gute experimentelle Fähigkeiten gefordert, um das Zusammenwirken der Parameter und die Abhängigkeiten der einzelnen Signale verstehen zu können.

Die Herausforderung in diesem Versuchsteil besteht in der Beherrschung der vielen Parameter und dem Verständnis der Bildentstehung. Je nachdem wie tief in die Theorie eingestiegen wird, kann sie mit der Differenzierung zwischen elektrischen Leitern und Halbleitern auf der Probenoberfläche komplexer werden.

## 3.1 Lateral Force Microscopy (LFM)

Diese Technik baut auf dem Kontakt-Modus auf und kann nicht nur die Topographie („T-B“-Signal des Photodetektors) sondern auch die Zusammensetzung einer Probe analysieren. Ist eine Oberfläche aus Materialien mit verschiedenen Reibungskoeffizienten zusammengesetzt, so lassen sich diese Unterschiede mithilfe der LFM-Technik sichtbar machen.

In diesem Fall wird der Cantilever senkrecht zu seiner Ausrichtung über die Oberfläche geführt, wobei er sich zusätzlich durch Lateralkräfte, also hauptsächlich Reibung, seitlich verbiegt („L-R“-Signal des Photodetektors). Wird jetzt der Reibungskoeffizient auf der Probenoberfläche größer, wirkt eine größere Reibungskraft auf den Cantilever und das entstehende Drehmoment verbiegt ihn stärker (vgl. Abb.1 und 2).

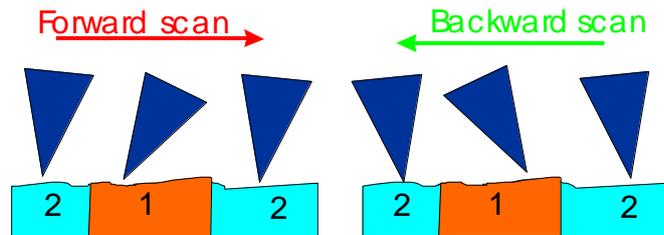


Abbildung 1: Verbiegung des Cantilevers auf Materialien mit verschiedenen Reibungskoeffizienten ( $\eta_1 > \eta_2$ )

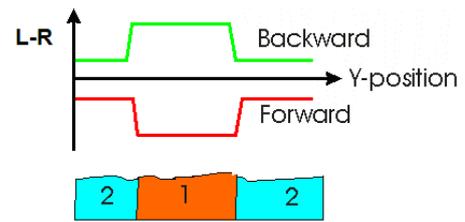


Abbildung 2: L-R-Signal der Hin- und Rückrichtung

Dabei ist es wichtig, das Signal aus Hin- und Rückrichtung aufzunehmen sowie Topographie- mit LFM-Bildern zu vergleichen, um Artefakte im LFM-Kontrast identifizieren zu können. Denn Stufen auf der Oberfläche führen wie Reibungsunterschiede zu einer Verbiegung des Cantilevers und damit zu einem LFM-Kontrast, der dann irrtümlicherweise als Reibungskontrast interpretiert werden könnte. Während der Kontrast bei der Hin- und Rückrichtung des Topographiebildes gleich sein sollte, ist er im LFM-Signal verschieden. (Warum?)

### 3.1.1 Untersuchung verschiedener Proben

In diesem Versuchsteil ist die Idee, dass Sie eigenständig verschiedene Proben genauer untersuchen und dabei auf Ihr in den grundlegenden Experimenten gewonnenes Wissen zurückgreifen.

Scannen Sie im Kontaktmodus mit der LFM-Software vom Desktop ein erstes Bild der Probe, um einen Eindruck von der Topographie zu bekommen. Verwenden Sie für alle LFM-Experimente den langen Cantilever **CSC17**, um über möglichst große Verbiegungen des Cantilevers vernünftige L-R-Signale erhalten zu können.

**Denken Sie daran, dass Sie nach jedem Wechsel des Cantilevers sowohl Laser als auch Photodetektor neu justieren müssen.**

Nehmen Sie dann eine Kraftkurve auf und berechnen Sie einen passenden Set Point, sodass die Kontaktkraft zwischen Spitze und Probe im Bereich von 5 nN liegt.

Machen Sie dann Bilder eines interessanten Bereichs auf der Probe und wählen Sie in „**Options/Acquire**“ sowohl für das Topographie- als auch für das LFM-Signal („L-R“) Vorwärts- und Rückwärtsrichtung aus.

Als Startparameter können Sie folgende Werte nehmen:

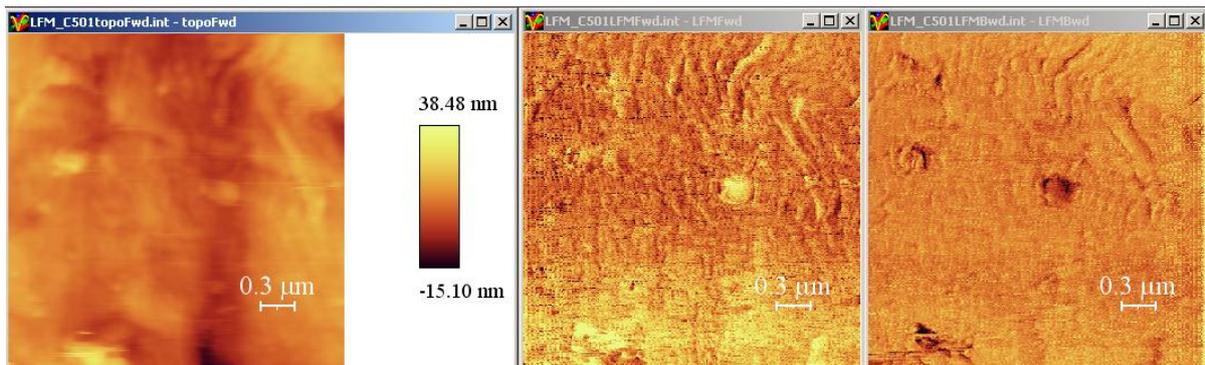
- $K_i$ : während des Scannens 10000 oder kleiner
- Scan speed: 2 Linien/s

Mithilfe des „**Select**“-Fensters können Sie in einen Teil Ihres Bildes hineinzoomen und so stärkere Vergrößerungen erreichen.

### 3.1.2 Auswertung

Werten Sie Ihre erhaltenen Bilder der verschiedenen Proben aus:

1. Wie kommen die unterschiedlichen Bilder zustande?
2. An welchen Stellen ist der Reibungskoeffizient kleiner/größer?  
Vergleichen Sie verschiedene Proben miteinander.
3. Wie können Sie sicher gehen, dass die Kontraste im LFM-Signal wirklich durch Reibungsunterschiede und nicht durch die Topographie verursacht werden?



**Abbildung 3:** Beispiel für ein Bild eines Reibungskontrasts: Links das Topographiebild, rechts die Hin- und Rückrichtung des LFM-Signals

## 3.2 Force Modulation

In diesem Versuchsteil werden Sie eine Methode zur Bestimmung des Elastizitätsmoduls verschiedener Materialien mit Hilfe von Kraftkurven, die Sie schon aus den vorherigen Experimenten kennen, ausprobieren. Sie funktioniert im Kontakt-Modus, d.h. die Spitze befindet sich in ständigem Kontakt mit der Probenoberfläche, jedoch wird der Cantilever zusätzlich mechanisch zur Oszillation angeregt und so die sonst konstante Kraft zwischen Spitze und Probe moduliert.

Wie Sie sich leicht vorstellen können, ist die Schwingungsamplitude von der Härte des jeweiligen Oberflächenmaterials abhängig: Je weicher die Probe, umso mehr der Oszillationsenergie verschwindet in der Probe und umso kleiner wird die Schwingungsamplitude.

Werden wie im dynamischen Modus Amplitude und Phase dargestellt, kann man eine Karte der lokalen Elastizität der Probe erhalten.

### 3.2.1 Darstellung von Elastizitätsunterschieden

Öffnen Sie den Icon „Force Modulation“ auf dem Desktop. Zusätzlich zu den üblichen Fenstern im Kontakt-Modus finden Sie das **DNC-Fenster** aus dem dynamischen Modus. Hier können Sie die gewünschte Schwingungsfrequenz und Anregungsamplitude des Cantilevers einstellen.

Da es durch die mechanische Anregung mit einer Frequenz, die üblicherweise im Bereich von 500 Hz bis 5 kHz liegt, zur Oszillation zu großen Amplituden kommen kann, wird ein kürzerer Cantilever (**NSC15**) verwendet. Sie können den vom dynamischen Modus eingebauten einfach weiter verwenden.

In Abbildung 1 ist das Frequenzspektrum eines NSC15-Cantilevers zu sehen. Wie Sie feststellen können, erreicht die Schwingungsamplitude im Bereich von 2 kHz, also dort wo Ihre Messungen stattfinden, Werte, die in der gleichen Größenordnung wie die bei der Resonanzfrequenz liegen. D.h. kleine Änderungen der Oszillationsfrequenz führen zu großen elektrischen Signalen.

Daher wird ein zusätzlicher Tiefpass-Filter im LockIn-Verstärker genutzt, dessen Eigenschaften veränderbar sind. Dies sind die Integrationszeit (Time Constant) und die Rate, mit der der Filter die Amplitudensignale verringert (Rolloff).

**Probieren Sie einfach einige Werte aus!**

*Ein Tiefpass-Filter erster Ordnung verringert z.B. bei Verdopplung der Frequenz (entspricht einer Oktave) die Signalamplitude um die Hälfte (die Leistung wird um 6 dB kleiner), d.h. die Rate ist dann 6 dB/oct.*

*Der Vorteil der Verwendung eines Tiefpass-Filters ist, dass Signale von großen Frequenzänderungen, gedämpft werden und gleichzeitig mithilfe einer großen Integrationszeit kleine Signalamplituden gemessen werden können.*

*(Abb.2: Bei einer kurzen Integrationszeit verschwinden kleine Signal-Änderungen im Rauschen und können damit nicht gemessen werden.)*

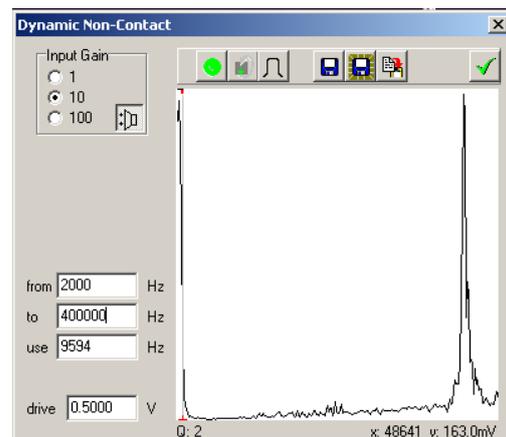


Abbildung 1: Frequenzspektrum eines NSC15-Cantilevers

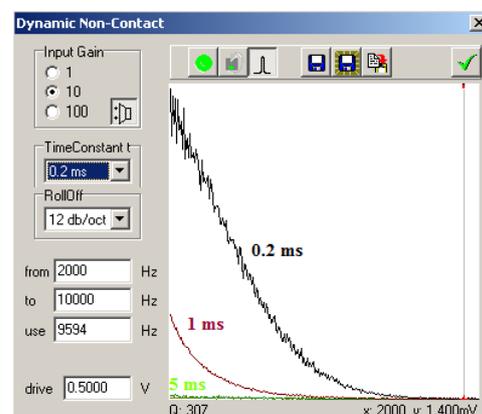


Abbildung 2: Spektrum für kleine Frequenzen mit verschiedenen Integrationszeiten

Gute Ergebnisse erzielen Sie mit folgenden Werten:

- Frequenzbereich: 500 Hz bis 5 kHz, also sehr klein im Vergleich zur Resonanzfrequenz
- Anregungsamplitude (drive): 0.5 V
- Integrationszeit: 20 ms

Setzen Sie eine aus unterschiedlichen Materialien zusammengesetzte Probe ein und justieren Sie Laser und Photodetektor wie im Kontakt-Modus. Stellen Sie das Feedback auf „**AFM Contact Mode**“ und nähern Sie die Spitze wie gewohnt an.

Probieren Sie passende Scan-Geschwindigkeiten und Frequenzen aus und speichern Sie für verschiedene Proben jeweils ein gutes Bild. Dabei sollten Sie wenigstens die Topographie, die Amplitude und die Phase aufnehmen.

Interpretieren Sie Ihre Resultate:

1. Wie entstehen die erhaltenen Bilder?
2. Wo finden sich auf Ihrer Probe Regionen mit großem/kleinem Elastizitätsmodul?
3. Welches der untersuchten Materialien hat den größten Elastizitätsmodul?

Nachdem Sie jetzt durch das Scannen im Kontakt-Modus eine Karte der relativen Elastizität erstellt haben, sollen Sie nun auch quantitative Daten erhalten, also konkrete Werte für E-Module messen.

### 3.2.2 Bestimmung des Elastizitätsmoduls aus der Kraftkurve

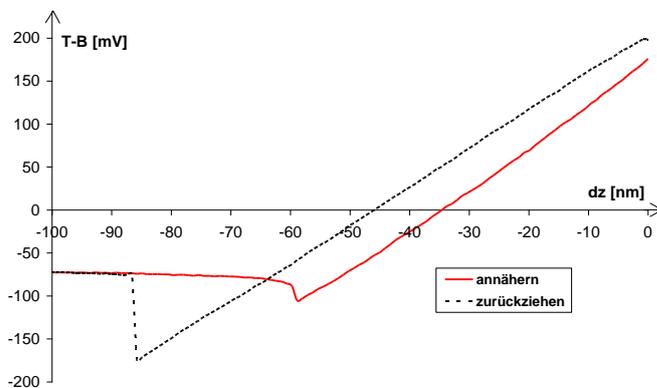


Abbildung 3: Kraftkurve auf einer harten Oberfläche

#### Zur Poisson-Zahl

Wird an einem Draht der Länge  $l$  mit Durchmesser  $d$  gezogen, wird er um  $\Delta l$  länger, aber auch um  $-\Delta d$  dünner ( $\Delta d$  ist hier negativ). Das Verhältnis der beiden relativen Verformungen heißt Poisson-Zahl:

$$\mu = \frac{-\Delta d}{d} \cdot \frac{l}{\Delta l}$$

Die Werte von  $\mu$  liegen typischerweise zwischen 0,2 und 0,5.

**Beispiele:**

Silizium: 0,45

Gold: 0,42

Nimmt man eine Kraftkurve auf einem harten Material auf, so ist diese in dem Bereich nahe der Oberfläche (rechtes Drittel) linear, wie Sie in den Experimenten zum Kontakt-Modus festgestellt haben. Der Cantilever verbiegt sich gemäß seiner Federkonstanten.

Dies ändert sich jedoch auf weicheren Proben, weil dann die Spitze in die Oberfläche eindringen kann. In diesem Fall kommt zu dem linearen Term von  $F(z)$  aus dem Hooke'schen Gesetz noch ein quadratischer dazu.

Im Rahmen der klassischen Theorie der Elastizität hat Ian N. Sneddon 1965 in seinem Artikel „*The Relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile*“ (*Int. J. Eng. Sci.* 3, S. 47-57) eine Formel hergeleitet, die beschreibt, wie Spitzen unterschiedlicher Formen in eine Oberfläche eindringen, wie sie diese dabei verformen und welche Kraft auf die Spitze wirkt.

Nimmt man eine Kegelform der Spitze und eine Eindringtiefe  $d$  an, so errechnet sich die Kraft zu:

$$F = \frac{2E \cdot \cot(\alpha)}{\pi \cdot (1 - \mu) \cdot (1 + \mu)} \cdot d^2 \quad (*)$$

Dabei ist  $\alpha$  der halbe Öffnungswinkel des Kegels,  $\mu$  die Poisson-Zahl und  $E$  der Elastizitätsmodul des Probenmaterials.

Um also eine Probe genauer analysieren zu können, benötigt man im ersten Schritt eine Kraft-Abstands-Kurve von einem harten Material zur Kalibrierung. Kennt man den Umrechnungsfaktor zwischen „T-B“-Signal und Kraft, kann man die Hochachse in der eigentlich zu untersuchenden Kraftkurve in Kräfteinheiten umrechnen (wie im Kontakt-Modus).

Als zweites muss dann gemäß (\*) der rechte Abschnitt der Annäherungskurve mit einer quadratischen Funktion  $F(d)=a+c(d-b)^2$  gefittet werden, um den Streckfaktor  $c$  zu bestimmen.

Vergleicht man (\*) mit dem quadratischen Ansatz, so ergibt sich folgende Beziehung:

$$c = \frac{2E \cdot \cot(\alpha)}{\pi \cdot (1 - \mu) \cdot (1 + \mu)} \quad \text{und umgestellt} \quad \boxed{E = \frac{c \cdot \pi \cdot (1 - \mu) \cdot (1 + \mu)}{2 \cdot \cot(\alpha)}}$$

Kennt man also durch den quadratischen Fit die Konstante  $c$ , materialbestimmt die Poisson-Zahl  $\mu$  und durch die Maße des Cantilevers  $\alpha$ , so lässt sich der E-Modul aus der Kraftkurve berechnen.

1. Nehmen Sie im folgenden Kraftkurven auf verschiedenen Proben auf und bestimmen Sie deren Elastizitätsmodul.
2. Vergleichen Sie Ihre erhaltenen Resultate mit den Literaturwerten und geben Sie eine Fehlerabschätzung des Verfahrens an.

### 3.3 Magnetic Force Microscopy (MFM)

MFM ist eine Methode, um mit dem Rasterkraftmikroskop magnetische Domänen auf Oberflächen zu messen. Sie ist eine Erweiterung des dynamischen Modus, mit dem damit nicht nur Höhenunterschiede dargestellt werden können.

Wirkt allgemein eine sich in z-Richtung verändernde Kraft wie bei Proben mit magnetischen Domänen auf den Cantilever, so verändert sich seine effektive Kraftkonstante zu:

$$k' = k - \frac{d}{dz} F(z).$$

Für attraktive Kräfte wird sie kleiner und damit auch die Oszillationsamplitude, bei repulsiven Kräften ist es gerade umgekehrt.

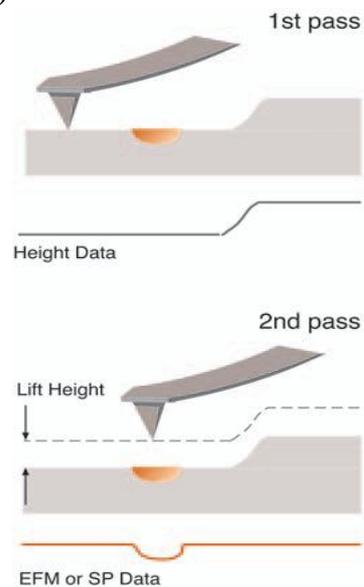
Um bei Messungen von magnetischen Domänen bessere Bilder zu erhalten, wird versucht, ein gemischtes Signal aus Informationen über Höhenunterschiede und magnetische Felder zu vermeiden. Dies geschieht mit der folgenden Technik.

#### 3.3.1 Der „Fly“-Modus (2<sup>nd</sup> trace mode)

Magnetische Kräfte haben mit  $F(z) \sim 1/z^2$  eine längere Reichweite und stärkere z-Abhängigkeit als die zwischenatomaren Kräfte und die van-der-Waals-Wechselwirkung.

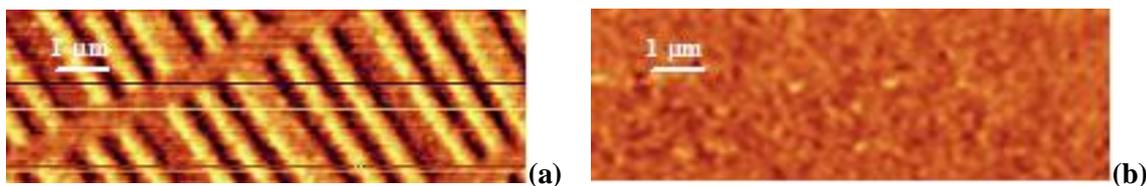
Dies wird im „Fly“-Modus ausgenutzt. Die Topographie der Oberfläche wird in geringem Abstand zur Probe im dynamischen Modus gescannt. Nach jeder Linie wird die Spitze auf eine definierte Höhe zurückgezogen und das zuvor detektierte Topographiesignal in größerem Abstand nachgefahren (vgl. Abb.1). Jetzt sind die magnetischen Kräfte dominant und bewirken eine Phasen- und Amplitudenveränderung der Cantilever-Oszillation.

Je größer das Potential zwischen Cantilever und Probe, umso stärker ist der Kontrast im Phasenbild.



**Abbildung 1:** Schema der Datenaufnahme im „Fly“-Modus

Die Abbildung 2 zeigt MFM-Bilder einer Zip-Disk. Im Phasenbild, das im „Fly“-Modus in einer Höhe von 80 nm aufgenommen wurde, sind die wenige  $\mu\text{m}$  großen Bits gut sichtbar.



**Abbildung 2:** (a) Phasenbild und (b) Topographiebild einer Zip-Disk

### 3.3.2 Untersuchung von Proben

Starten Sie die MFM-Software vom Desktop. Das System arbeitet dann automatisch im dynamischen Modus. Sie können den Cantilever **NSC15** aus den vorherigen Experimenten zum dynamischen Modus verwenden oder einen mit ferromagnetischen Materialien beschichteten (**NSC18/CrCo**). Um einen ausreichend großen Kontrast zu bekommen empfiehlt es sich, einen starken Magneten etwa eine Minute lang vor den Cantilever zu halten. Vorsicht, dass er dabei nicht abbricht!

Setzen Sie eine für MFM-Messungen interessante Probe, wie den Teil einer Zip-Disk oder einer Harddisk sowie den Cantilever wie gewohnt ein und justieren Sie Laser und Photodetektor. Legen Sie außerdem die Scan-Parameter fest. Dabei können Sie sich an denen der vorigen Versuche orientieren, benötigen aber eine sehr langsame Scan-Geschwindigkeit ( $< 1$  Linie/s), damit Ihre Bilder scharf werden. Denken Sie daran, die Resonanzfrequenz des Cantilevers zu bestimmen und einen passenden Set Point zu wählen.

Wählen Sie in „Options/Acquire“ die in Abb.3 gezeigten Kanäle aus:

„Fly“ ist der Kanal, der beim zweiten Scannen der Topographie in größerer Höhe aufgenommen wird. Aus diesen Bildern können Sie dann später die Informationen über die magnetischen Eigenschaften Ihrer Oberfläche herauslesen.

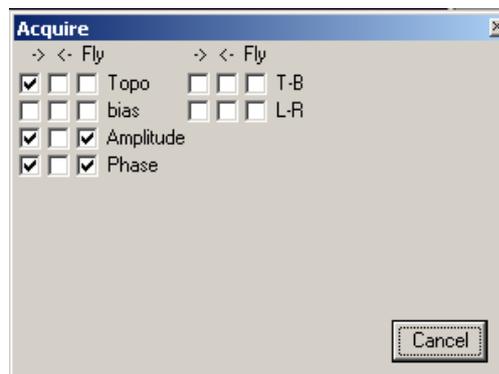


Abbildung 3: Das „Acquire“-Fenster

Sobald ein „Fly“-Kanal dargestellt wird, haben Sie im **Parameterfenster** die Option, eine Flughöhe für das zweite Scannen jeder Linie auszuwählen (Abb.4).

**Der für die Flughöhe eingegebene Wert muss negativ sein, da die Spitze aus ihrer normalen angenäherten Position im dynamischen Modus zurückgefahren wird!**



Abbildung 4: Eingeben der Flughöhe im Parameterfenster

Wenn Sie die Spitze jetzt annähern und mit dem Scannen beginnen, geschieht folgendes:

- Es wird eine Vorwärtslinie gescannt und dabei das Topographiesignal aufgenommen, indem das jeweilige Amplitudensignal mit der festgesetzten Amplitude (Set Point) verglichen und die Höhe entsprechend nachgeregelt wird, sodass das Differenzsignal Null ergibt.
- Dann wird die Rückrichtung gescannt, aber ohne ein Bild aufzunehmen, und dann das z-Feedback ausgeschaltet.
- Im Anschluss wird die Spitze zurückgezogen und das zuvor erhaltene Topographiesignal in der ausgewählten Höhe nachgefahren. Jetzt dominieren die magnetischen Wechselwirkungen und das aufgenommene „Fly“-Bild in Amplitude und Phase spiegelt hauptsächlich Informationen über magnetische Domänen auf der Oberfläche wieder.
- Zuletzt wird wieder die Rückrichtung gescannt und das beschriebene Prinzip wiederholt sich mit der nächsten Linie.

Machen Sie sich bei Ihren MFM-Experimenten zu folgenden Aspekten Gedanken:

1. Erläutern Sie die magnetische Wechselwirkung zwischen Spitze und Oberfläche. Wie entsteht der Kontrast in den „Fly“-Bildern?
2. Welchen Einfluss hat die Flughöhe auf die Struktur der magnetischen Domänen in den Bildern?

Machen Sie dazu Bilder mit verschiedenen Höhen aber ansonsten gleichen Parametern.

### 3.4 Electrical Force Microscopy (EFM)

EFM ist eine Methode, um mit dem Rasterkraftmikroskop die Verteilung von elektrischen Feldern beim Anlegen einer Spannung zwischen Spitze und Probe aber auch lokale geladene Domänen auf Oberflächen zu messen. Sie ist eine Erweiterung des dynamischen Modus, mit dem damit nicht nur Höhenunterschiede dargestellt werden können.

Wirkt allgemein eine sich in z-Richtung verändernde Kraft wie bei Proben mit elektrischen Feldern auf den Cantilever, so verändert sich seine effektive Kraftkonstante zu:

$$k' = k - \frac{d}{dz} F(z).$$

Für attraktive Kräfte wird sie kleiner und damit auch die Oszillationsamplitude, bei repulsiven Kräften ist es gerade umgekehrt.

Um bei Messungen von elektrischen Eigenschaften der Probe bessere Bilder zu erhalten, wird versucht, ein gemischtes Signal aus Informationen über Höhenunterschiede und elektrische Felder zu vermeiden. Dies geschieht mit der folgenden Technik.

#### 3.4.1 Der „Fly“-Modus (2<sup>nd</sup> trace mode)

Elektrische Kräfte, hervorgerufen durch die Coulomb-Wechselwirkung, haben mit  $F(z) \sim 1/z^2$  eine längere Reichweite und stärkere z-Abhängigkeit als die zwischenatomaren Kräfte und die van-der-Waals-Wechselwirkung.

Dies wird im „Fly“-Modus ausgenutzt. Die Topographie der Oberfläche wird in geringem Abstand zur Probe im dynamischen Modus gescannt. Nach jeder Linie wird die Spitze auf eine definierte Höhe zurückgezogen und das zuvor detektierte Topographiesignal in größerem Abstand nachgefahren (vgl. Abb.1). Jetzt sind die elektrischen Kräfte dominant und bewirken eine Phasen- und Amplitudenveränderung der Cantilever-Oszillation.

Je größer das Potential zwischen Cantilever und Probe, umso stärker ist der Kontrast im Phasenbild.

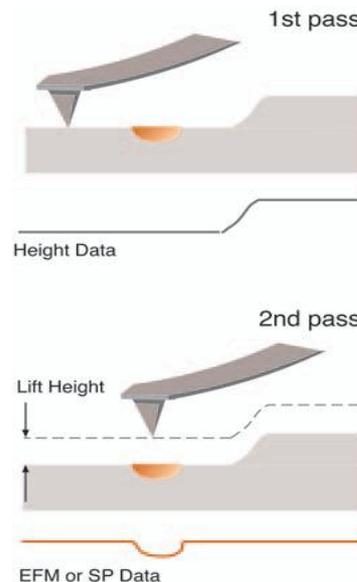


Abbildung 1: Schema der Datenaufnahme im „Fly“-Modus

#### 3.4.2 Das Prinzip der EFM-Messungen

Öffnen Sie den Icon „EFM 2<sup>nd</sup> trace“ vom Desktop. Das System arbeitet dann automatisch im dynamischen Modus. Verwenden Sie einen Cantilever mit einer elektrisch leitfähigen Beschichtung (NSC18/CrCo).

Verwenden Sie für Ihre erste EFM-Messung das **dotierte Gitter** als Probe und suchen Sie mithilfe des **Kamerabildes** das quadratische dotierte Gebiet auf der Probe (Abb.2).



Abbildung 2: Das dotierte Gitter im Kamerafenster

Setzen Sie den Cantilever wie gewohnt ein und justieren Sie Laser und Photodetektor. Legen Sie außerdem die Scan-Parameter fest. Dabei können Sie sich an denen der vorigen Versuche orientieren, benötigen aber wahrscheinlich eine langsamere Scan-Geschwindigkeit ( $< 1$  Linie/s), damit Ihre Bilder scharf werden. Denken Sie daran, die Resonanzfrequenz des Cantilevers im „DNC“-Fenster zu bestimmen (Drive Amplitude: 0.5 V) und einen passenden Set Point zu wählen.

Wählen Sie in „Options/Acquire“ neben den in Abb.3 gezeigten Kanälen auch Lia1X und Lia1Y (elektrisches Signal) aus:

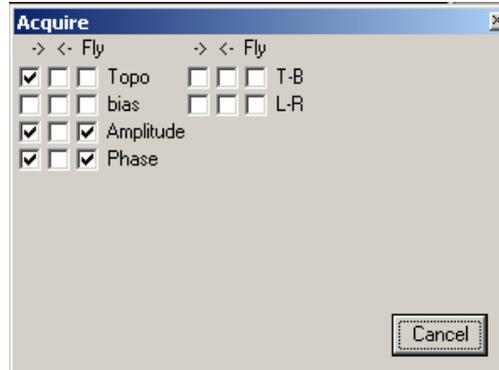


Abbildung 3: Das „Acquire“-Fenster

„Fly“ ist der Kanal, der beim zweiten Scannen der Topographie in größerer Höhe aufgenommen wird. Aus diesen Bildern können Sie dann später die Informationen über die elektrischen Eigenschaften Ihrer Oberfläche herauslesen.

Sobald ein „Fly“-Kanal dargestellt wird, haben Sie im **Parameterfenster** die Option, eine Flughöhe für das zweite Scannen jeder Linie auszuwählen (Abb.4).



Abbildung 4: Eingeben der Flughöhe im Parameterfenster

**Der für die Flughöhe eingegebene Wert muss negativ sein, da die Spitze aus ihrer normalen angenäherten Position im dynamischen Modus zurückgefahren wird!**

Wenn Sie die Spitze jetzt annähern und mit dem Scannen beginnen, geschieht folgendes:

- Es wird eine Vorwärtslinie gescannt und dabei das Topographiesignal aufgenommen, indem das jeweilige Amplitudensignal mit der festgesetzten Amplitude (Set Point) verglichen, und die Höhe entsprechend nachgeregelt wird, sodass das Differenzsignal Null ergibt.
- Dann wird die Rückrichtung gescannt, aber ohne ein Bild aufzunehmen, und dann das z-Feedback ausgeschaltet.
- Im Anschluss wird die Spitze zurückgezogen und das zuvor erhaltene Topographiesignal in der ausgewählten Höhe nachgefahren. Jetzt dominieren die elektrischen Wechselwirkungen und das aufgenommene „Fly“-Bild in der elektrischen Amplitude und Phase spiegelt hauptsächlich Informationen über elektrische Felder auf der Oberfläche wieder.
- Zuletzt wird wieder die Rückrichtung gescannt und das beschriebene Prinzip wiederholt sich mit der nächsten Linie.

Um einen Kontrast ausreichender Größe zu bekommen, ist es notwendig, eine Spannung zwischen Spitze und Probe anzulegen. Diese können Sie in „Bias“ im **Parameterfenster** eintragen.

Neben der mechanischen Oszillation des Cantilevers, die sich wie immer im dynamischen Modus mithilfe des „DNC“-Fensters kontrollieren lässt, wird für die EFM-Messungen eine alternierende Spannung einer bestimmten Frequenz im kHz-Bereich angelegt, sodass zusätzlich zur mechanischen Amplitude und Phase ein elektrisches Signal erhalten werden kann.

Es wird durch die Parameter im „Multi Channel LockIn“-Fenster (Button in der Kopfzeile, Abb.5/6) gesteuert. Die Phase lässt sich über eine automatische Regelung so einstellen, dass das gemessene Amplitudensignal immer in Phase mit der angelegten Spannung schwingt (Kanal Lia1X). Das Restsignal wird dann in Lia1Y angezeigt.

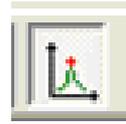


Abbildung 5: Der „LockIn“-Button

Wenn die Spitze über Regionen mit verschiedener Dotierkonzentration fährt, ändern sich Amplitude und Phase des elektrischen Signals analog so wie das mechanische Signal im reinen dynamischen Modus bei Höhenunterschieden.

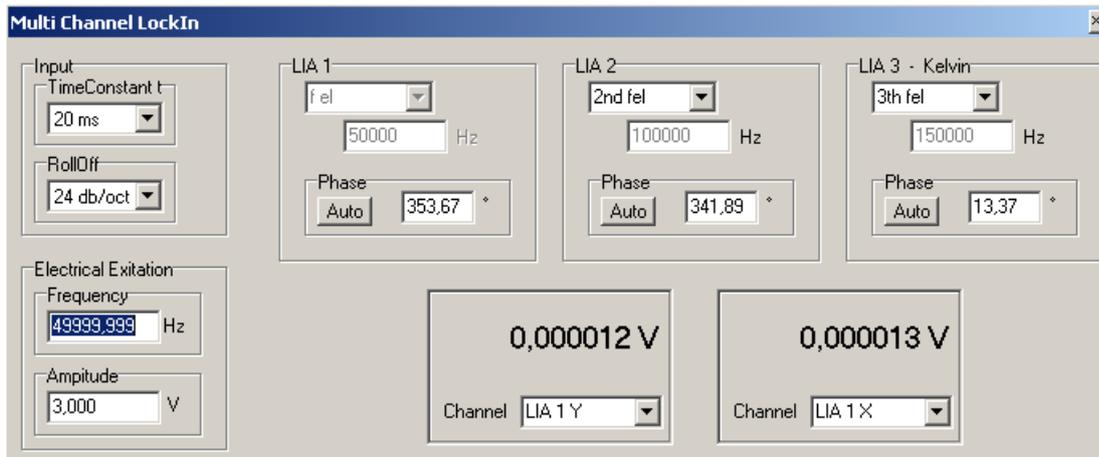


Abbildung 6: Das „Multi Channel LockIn“-Fenster

Überprüfen Sie sorgfältig alle Parametereinstellungen. Sie können für den Anfang folgende Werte nehmen und diese dann optimieren:

- „DNC“-Fenster: wie im reinen dynamischen Modus
- Parameterfenster: wie sonst auch, Bias: +1000 mV  
Scan Range: 5-10  $\mu\text{m}$
- „LockIn“-Fenster: Zeitkonstante (Integrationszeit des Tiefpassfilters): 20 ms  
El. Anregungsfrequenz: 17000 Hz  
El. Amplitude: 1 V

Nähern Sie die Spitze an und fangen Sie an zu scannen. Ihre Ergebnisse könnten für das dotierte Gitter wie in Abb.7 aussehen:

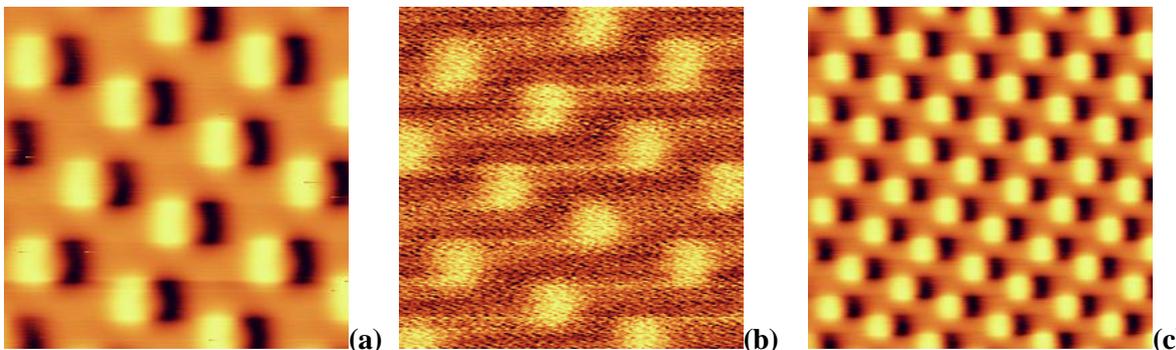


Abbildung 7: (a)Topographiesignal (5×5 $\mu\text{m}$ ), (b) zugehöriges Lia1X-Signal, (c) Topographiesignal (10×10 $\mu\text{m}$ )

### 3.4.3 Untersuchung verschiedener Proben

Um das Prinzip der EFM-Messungen besser zu verstehen, sollen im Folgenden die Scan-Parameter variiert und verschiedene Proben untersucht werden.

1. Wenn Sie mit den Standardeinstellungen gearbeitet haben, werden Sie vielleicht erstaunt über die große Anzahl der aufgenommenen Signale sein. Werden Sie sich darüber klar, wie die verschiedenen Bilder überhaupt entstehen.
2. Machen Sie Bilder mit unterschiedlichen Spannungen (Bias zwischen -5000 und +5000 mV) und überlegen Sie insbesondere, welchen Einfluss das Vorzeichen auf Ihre Bilder hat.
3. Erläutern Sie die elektrische Wechselwirkung zwischen Spitze und Oberfläche. Wie entsteht der Kontrast in den „Fly“-Bildern unter Berücksichtigung Ihres Wissens über elektrische Leiter und Halbleiter?  
Sie können hierzu die verschiedenen Wafer (mit und ohne Aluminiumkontakte) untersuchen. Verschaffen Sie sich zuvor mit einem optischen Mikroskop einen Eindruck von den Oberflächenstrukturen, um dann einen interessanten Bereich mit dem AFM näher zu betrachten.
4. Welchen Einfluss hat die Flughöhe auf die Struktur der dotierten Gebiete in den Bildern?  
Machen Sie dazu Bilder mit verschiedenen Höhen aber ansonsten gleichen Parametern.

# Glossar

Die folgende Liste soll bei dem Verständnis englischer Texte über Rasterkraftmikroskopie helfen. Sie enthält die wichtigsten Fachtermini und Ausdrücke, die immer wieder in einführenden Artikeln über das Thema auftauchen.

Atomic Force Microscope	Rasterkraftmikroskop
contact mode	Kontaktmodus
dynamic non-contact mode	dynamischer Modus (ohne Kontakt)
tip	Spitze
sample	Probe
grating	Gitter
to approach/ to retract	annähern/ zurückfahren
cantilever	Biegebalken (an dem sitzt die Spitze)
spring constant	Federkonstante/Kraftkonstante
to deflect/ deflection	verbiegen, ablenken/ Verbiegung (→T-B-Signal)
resolution	Auflösung
to magnify/ magnification	vergrößern/ Vergrößerung
surface	Oberfläche
interaction	Wechselwirkung
to increase/ to decrease	vergrößern/ verringern
long-/ short-range forces	lang-/ kurzreichweitige Kräfte
force-distance curve	Kraft-Abstandskurve
Hooke's law	Hooke'sches Gesetz
attractive/ repulsive	anziehend/ abstoßend
equilibrium	Gleichgewicht
frequency spectrum	Frequenzspektrum
resonance	Resonanz(frequenz)
to be damped	gedämpft werden (Schwingung)
damping factor	Dämpfungskonstante
frequency shift	Frequenzverschiebung
Q-factor	Gütefaktor
to oscillate/ oscillation	schwingen/ Schwingung
phase	Phase
amplitude	Amplitude
topography	Topographie
friction	Reibung
torsion	Torsion/ Verdrillung (→ L-R-Signal)
modulus of elasticity	Elastizitätsmodul
energy dissipation	Energieverlust
magnetic	magnetisch
electrical	elektrisch
domains	Domänen/ Gebiete
charges	elektrische Ladungen
carrier concentration	Ladungsträgerkonzentration
doped areas	dotierte Gebiete
conductive	(elektrisch) leitfähig
semiconductor	Halbleiter

Hiermit versichere ich, diese Arbeit selbstständig verfasst, keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt, alle Stellen der Arbeit, die wörtlich oder sinngemäß aus anderen Quellen übernommen wurden, als solche kenntlich gemacht habe und dass die Arbeit in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner Prüfungsbehörde vorgelegen hat.

Victoria Peters