

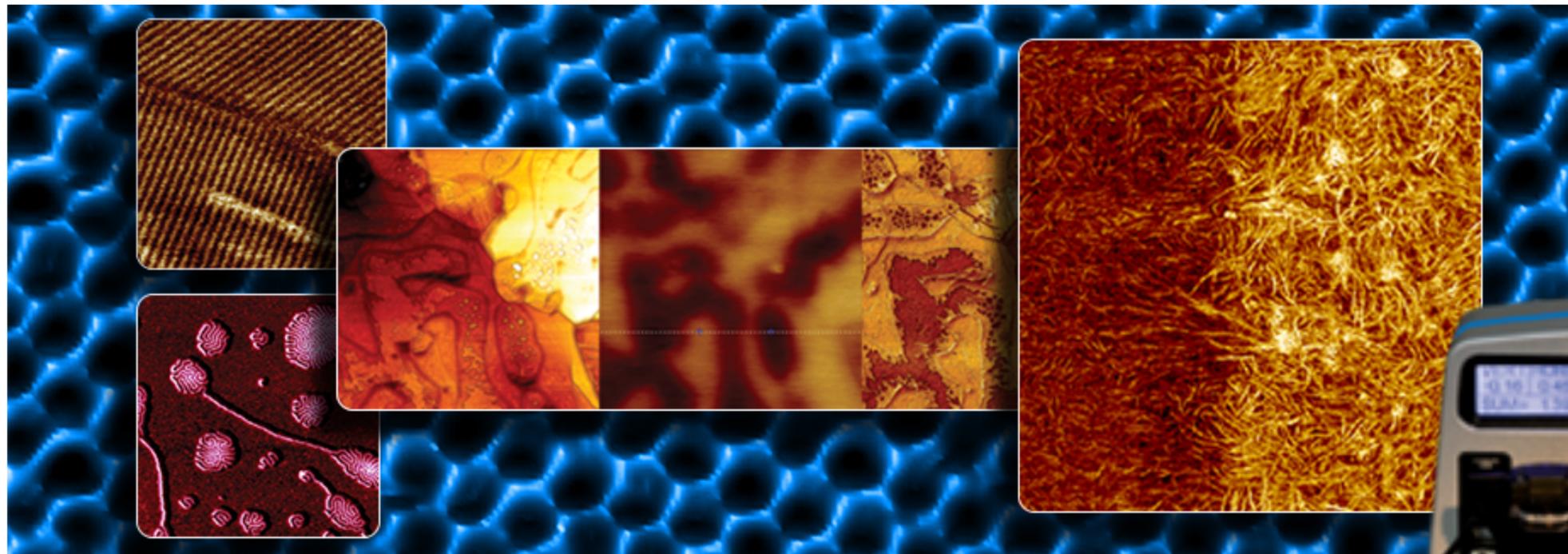
F-Praktikum

Rasterkraftmikroskopie

Atomic Force Microscopy - AFM

Andreas Sperlich

Experimentelle Physik 6
sperlich@physik.uni-wuerzburg.de

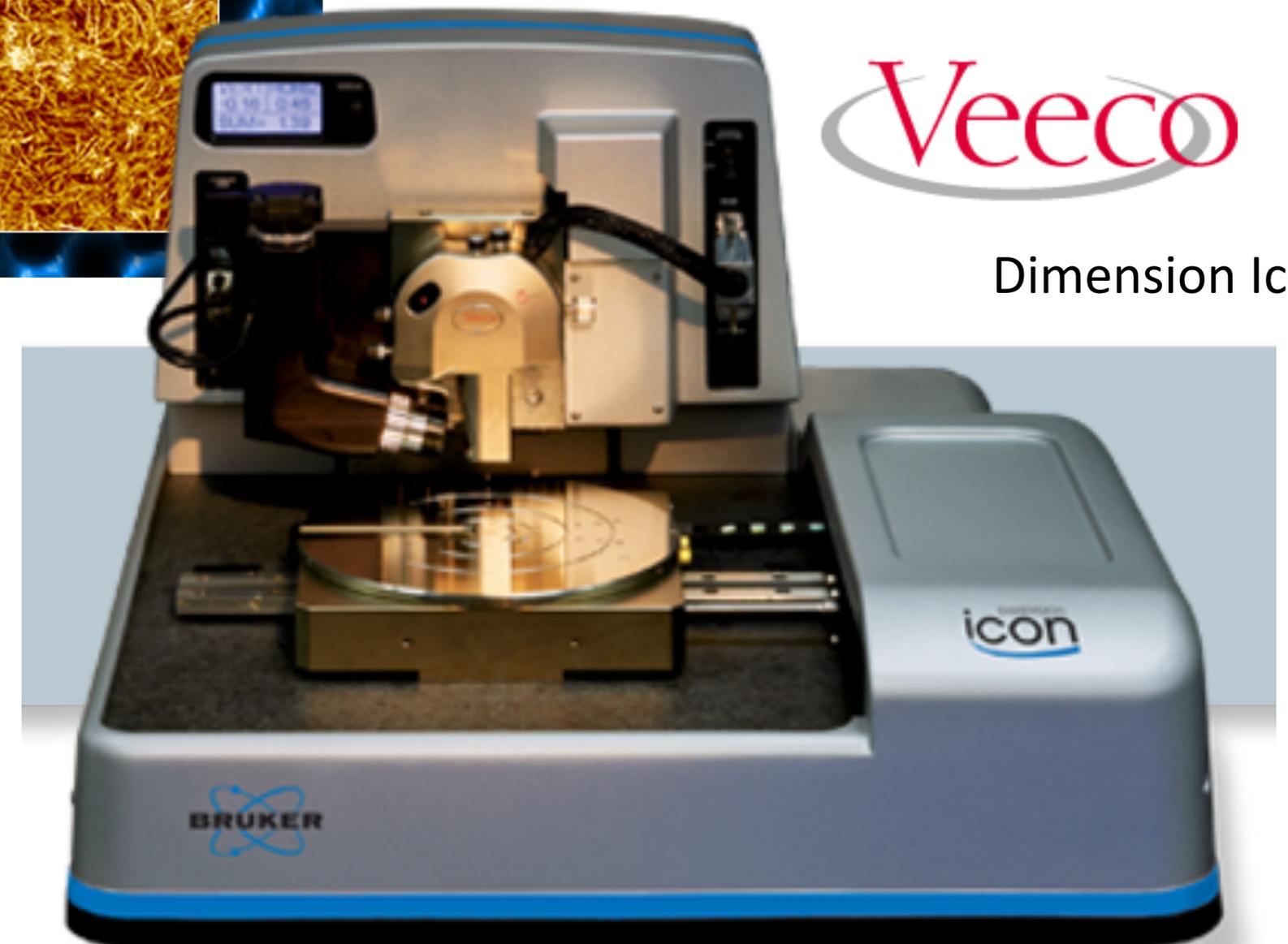


Veeco

Dimension Icon

Oberflächen auf der Nanometerskala untersuchen

- fast beliebige Materialien
- bestenfalls atomare Auflösung
- relativ einfach handhabbar



Kategorie Rastersondenmikroskope (scanning probe microscopes)

- STM - scanning tunneling microscope
- AFM - atomic force
- CAFM - conductive AFM
- MFM - magnetic force
- SNOM - scanning nearfield optical

Rasterkraftmikroskop:

Entwickelt, um das Prinzip der Rastertunnelmikroskopie (STM)
auf isolierenden Proben anzuwenden → Topographie

Funktionalisierte Sonden (englisch probes)

Bildgebung über rein topographische Information hinaus
(Leitfähigkeit, Fermi-Level, Magnetismus, ...)

Erstes AFM (Binnig, Quate, Gerber; 1986 vorgestellt):

STM detektiert Höhenauslenkung eines Cantilever

→ sehr sensitiv (~ 1 pm), aber aufwändige Justage und anfällig gegenüber Umgebungseinflüssen

Höhenbestimmung des Cantilevers moderner AFMs:

Optische Detektion, z.B. via Laserstrahl und Quadrantendetektor

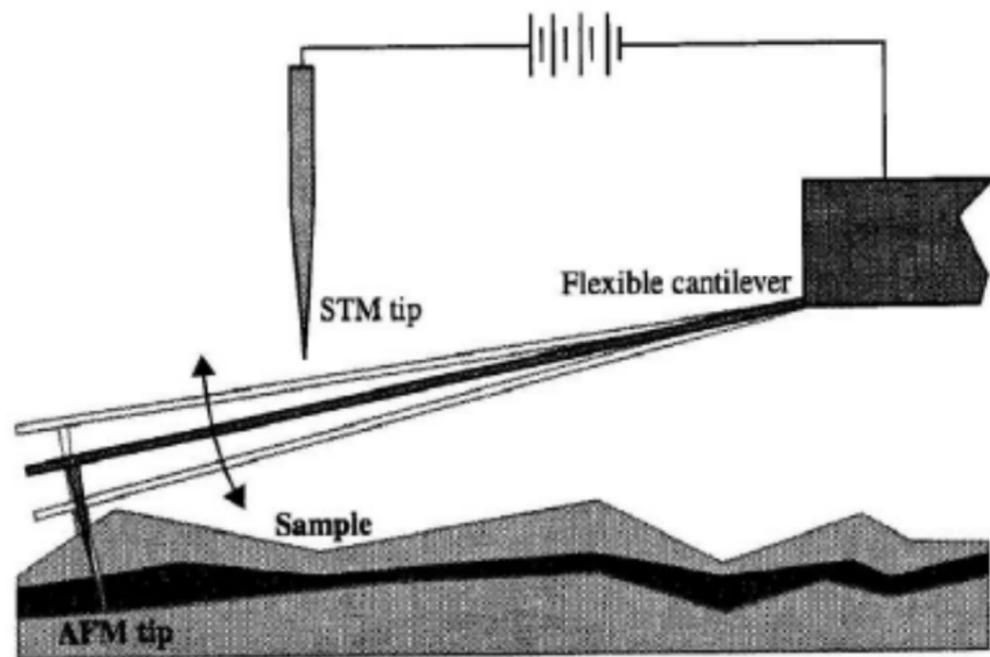
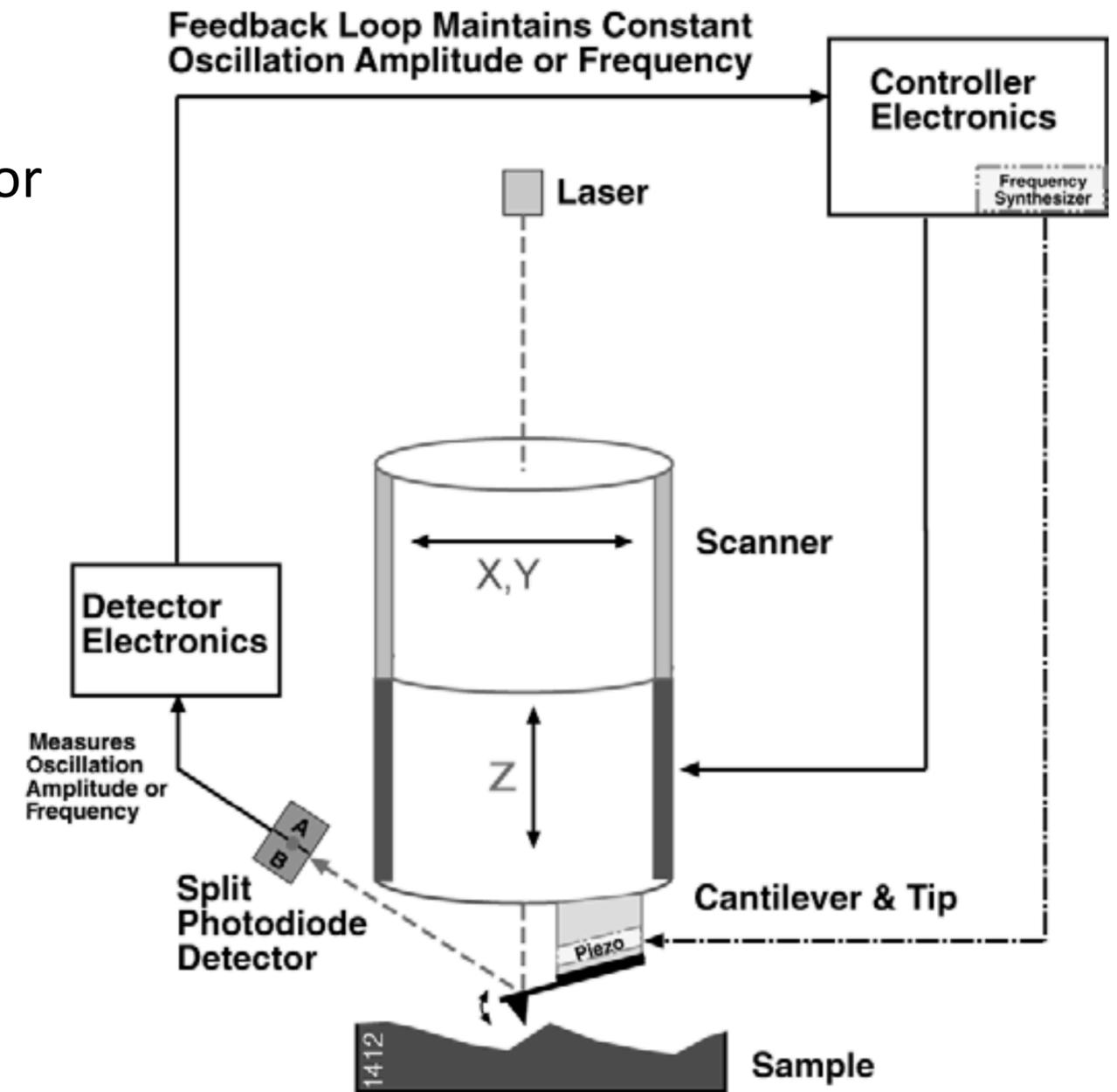


Figure 2.12. Early contact AFM which allowed imaging non-conductive samples. In this scheme, a contact AFM tip was monitored using the STM tip directly above it.

1. AFM

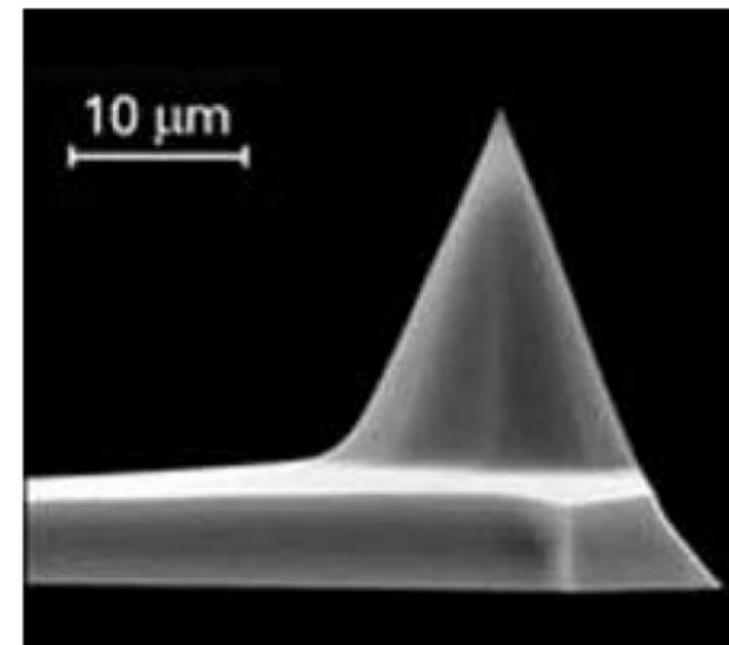
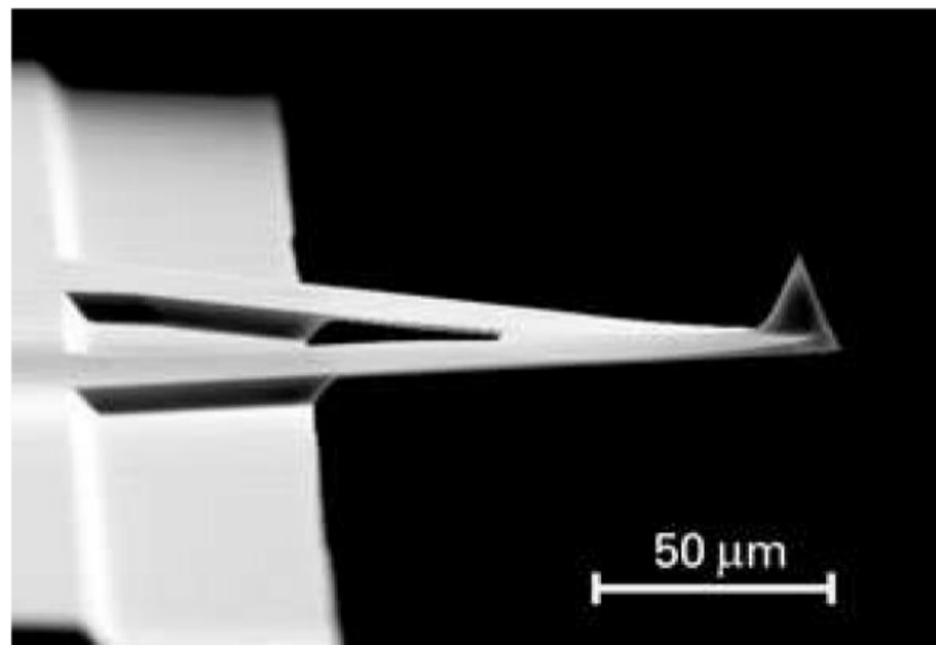
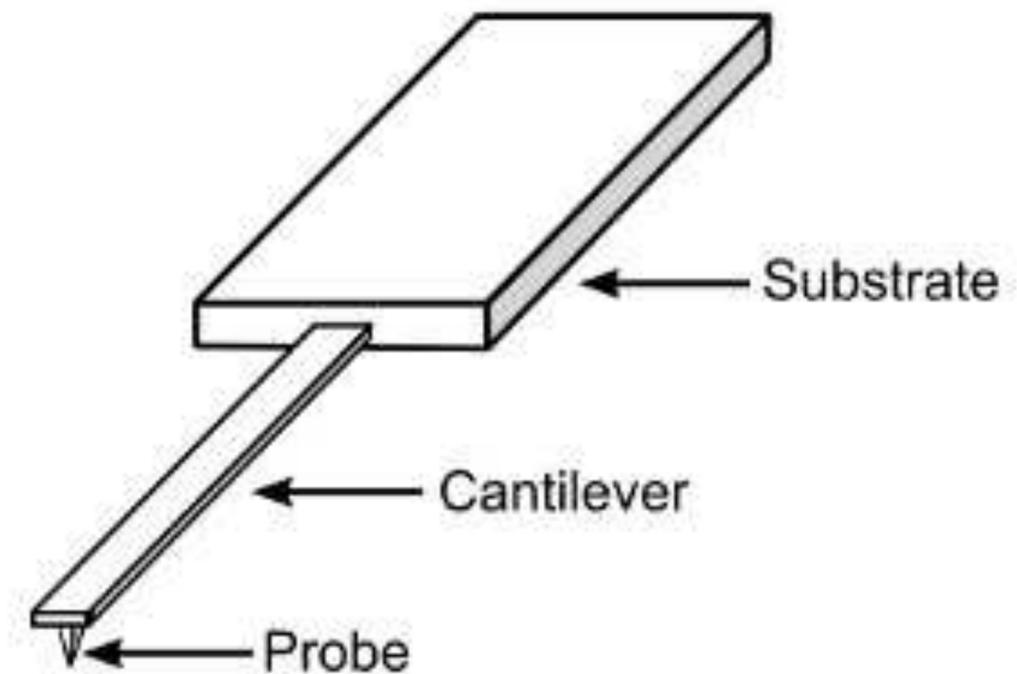


modernes AFM

- Federplättchen mit möglichst feiner Spitze
- Meist mit Spitze aus einem Stück gefertigt,
- Material z.B. Si, SiO₂, Si₃N₄, Diamant, ...

Eigenschaften:

- Kleine Federkonstante → kleine Kräfte
- hohe Resonanzfrequenz → Minimierung von Störeinflüssen
- spiegelnde Oberfläche → Optische Detektion



Idealfall: einzelnes Atom an der Spitze

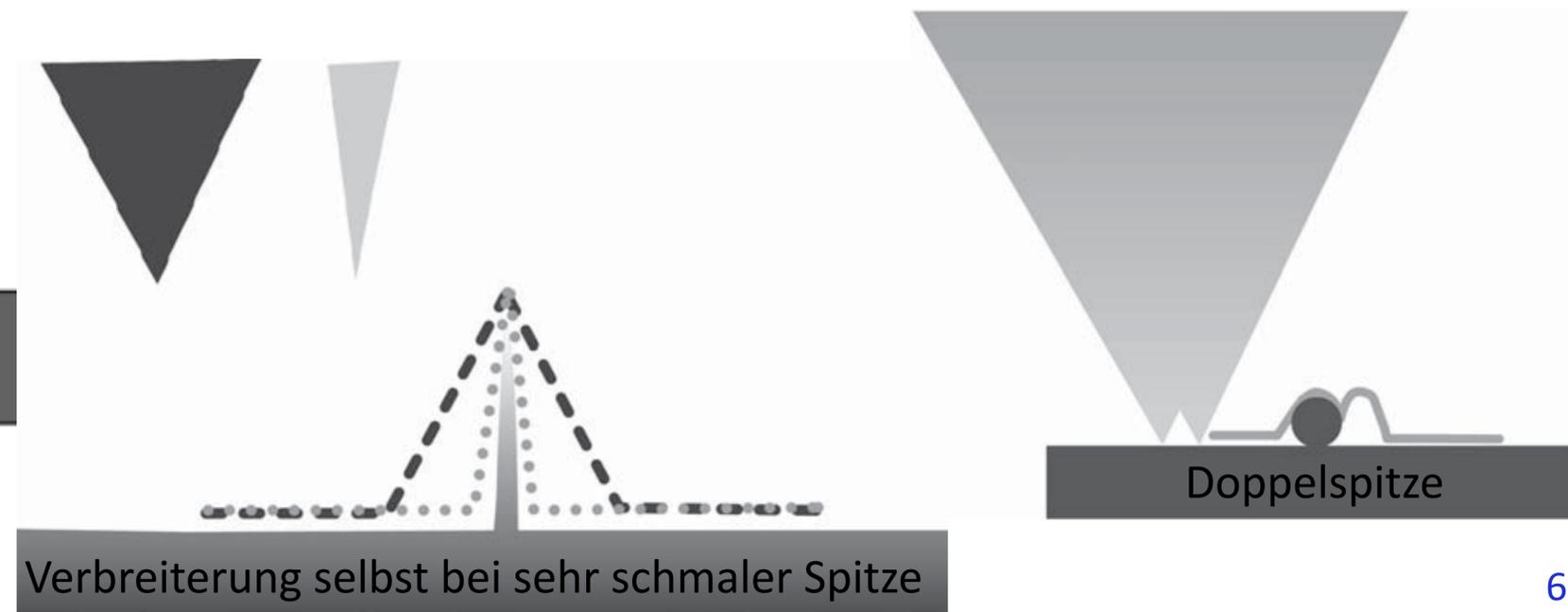
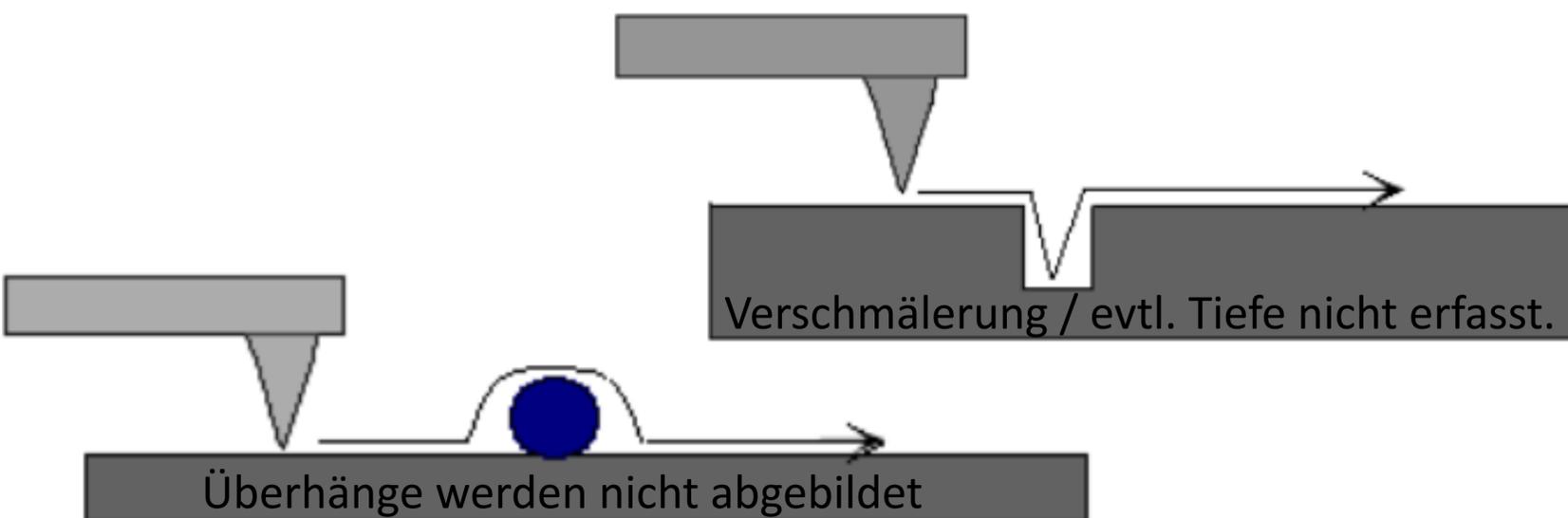
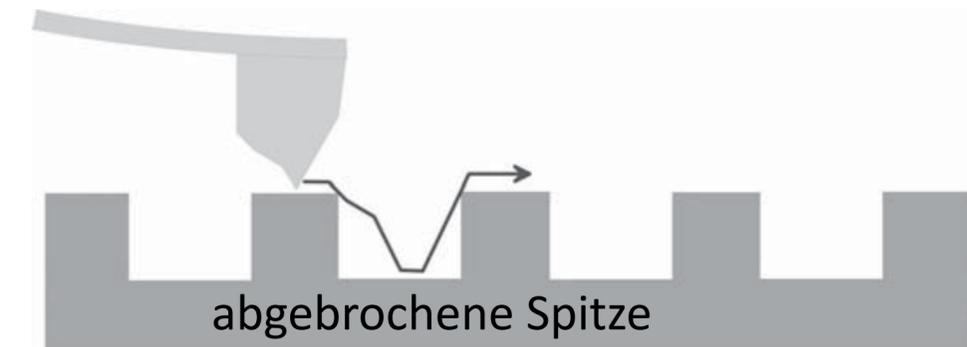
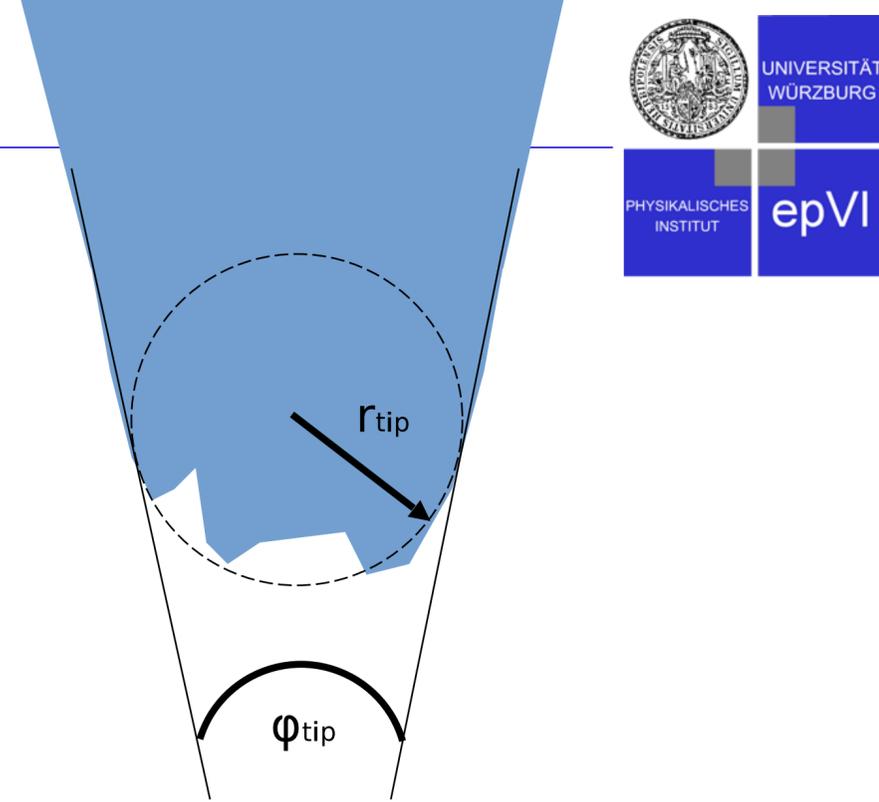
Realität: Spitze mit wenigen nm Radius und etlichen Atome auf ähnlicher Höhe

→ Beschreibung über Spitzenradius und Öffnungswinkel

Gemessene Bilder = **Faltung von Spitze und Oberfläche**

Höhe wird originalgetreu wiedergegeben, aber:

- Verbreiterungseffekt wegen $r_{\text{tip}} > 0$
- Wiedergabe schmaler Vertiefungen limitiert durch $\phi_{\text{tip}} > 0$



Tip Sidewall Angles of Etched Silicon Probes

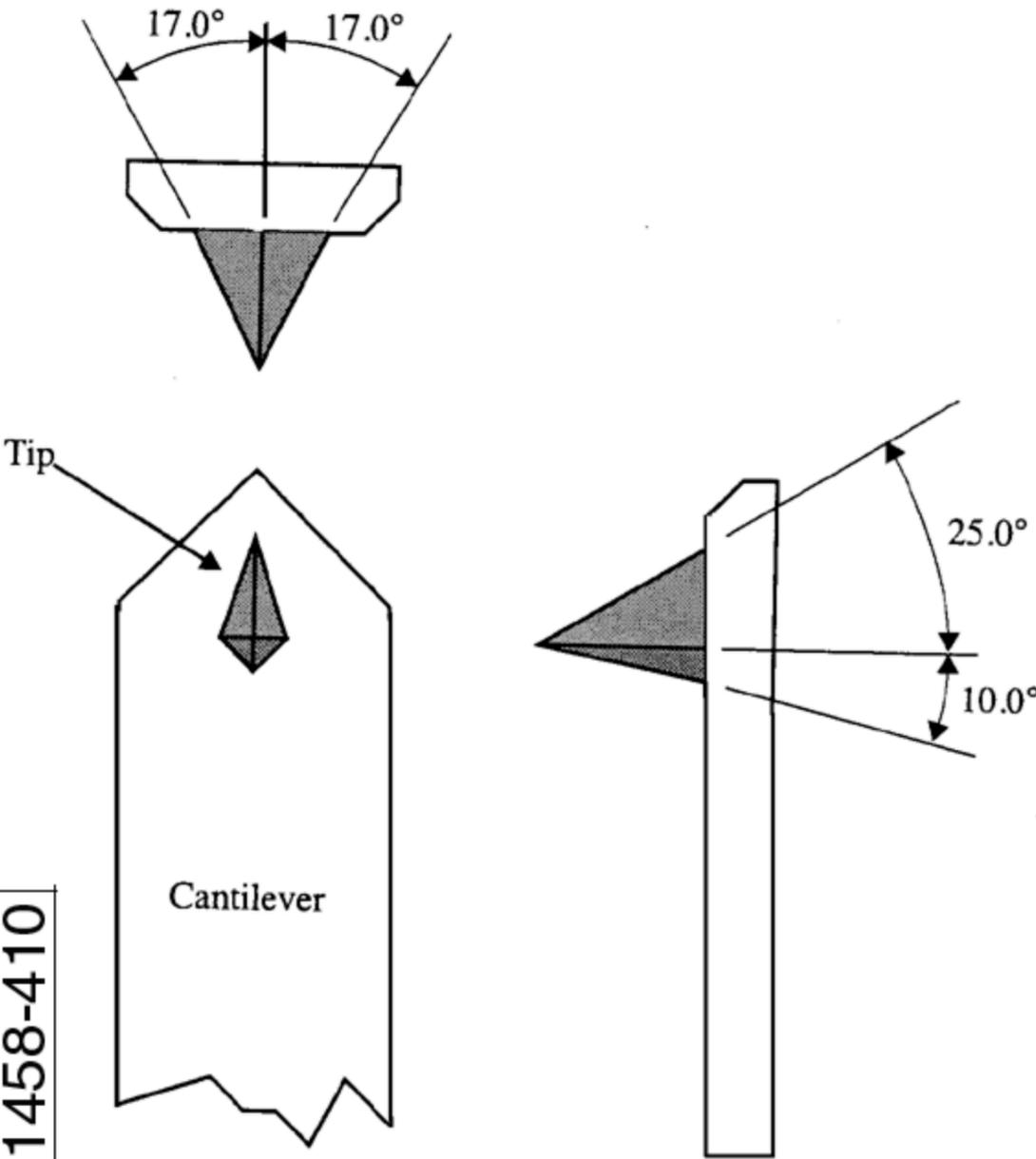


Figure 19.0c Sidewall Angle Measurements of Trench with Vertical Sidewalls Acquired with Silicon Nitride Probe

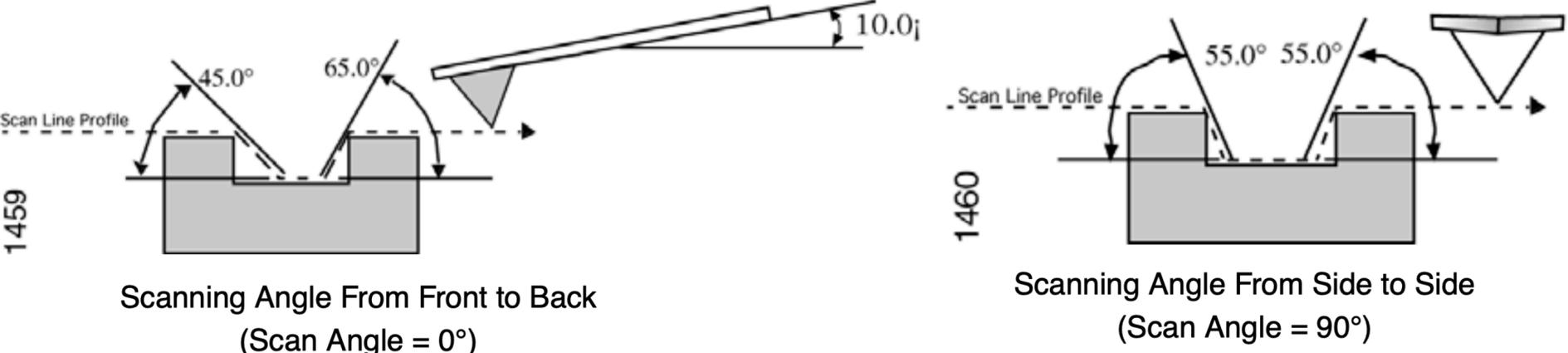
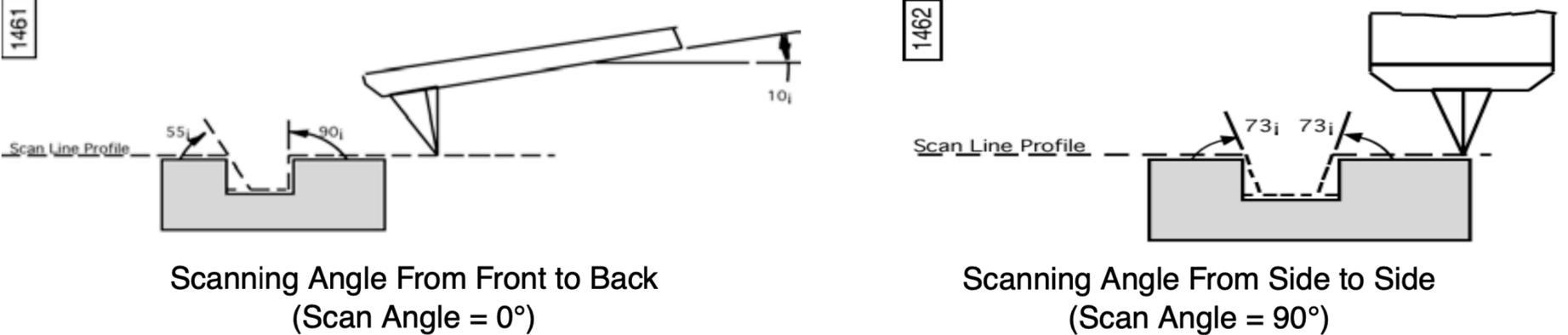
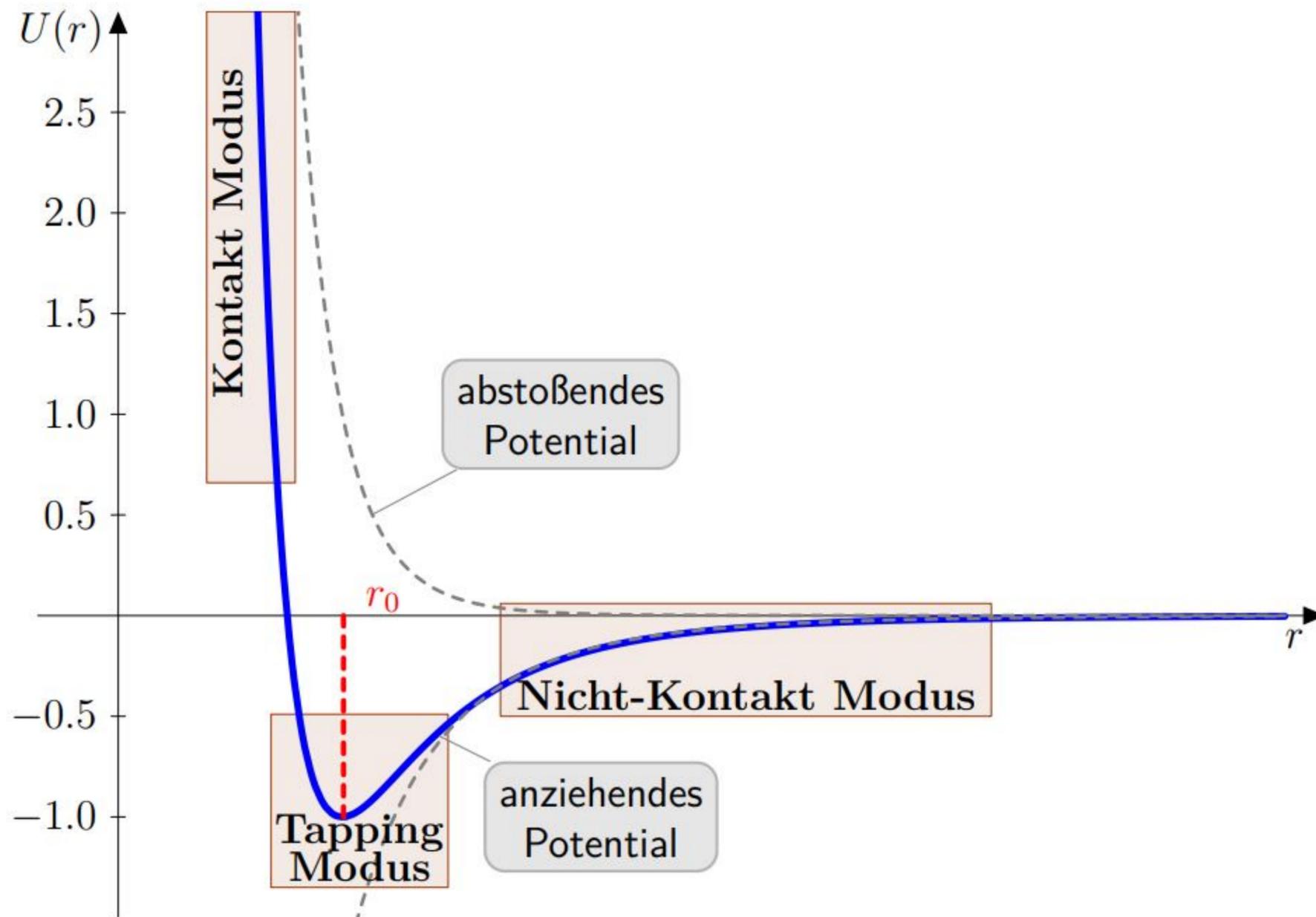


Figure 19.0d Sidewall Angle Measurements of Trench with Vertical Sidewalls Acquired with Silicon Probe



- Van-der-Waals-Kraft:
 - Generell: anziehende, weitreichende Wechselwirkung zw. Dipolen (induziert und permanent)
 - Größter Beitrag: London'sche Dispersions-WW zwischen neutralen Atomen / Molekülen: Wechselseitige spontan induzierte elektrische Dipolmomente
 - El. Feld eines Dipols $E_{dip} \sim \frac{1}{r^3} \rightarrow$ WW-Potential $V_{VdW} \sim -\frac{1}{r^6}$
- Repulsive Kräfte:
 - Bei geringem Abstand: Coulomb-Abstoßung und Austauschkraft
 - Näherung des WW-Potentials als $V_{rep} \sim \frac{1}{r^{12}}$

→ Kombination: Lennard-Jones-Potential $U_{LJ}(r) = 4\epsilon \left[\left(\frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r} \right)^6 \right]$



Zusätzlich:

Kapillarkräfte aufgrund von Luftfeuchtigkeit,
Reibung, ...

zu beachten:

ALLE Oberflächen sind IMMER mit ein paar
Monolagen Wasser + adsorbierte Gase belegt.

Es sei denn man hat sich WIRKLICH Mühe
gegeben dies zu entfernen.

→ Adsorbate, contamination layer

Größenordnung der Kraft: 10 nN

→ Entspricht der Gewichtskraft eines kleinen Staubkornes $\sim \mu\text{m}$

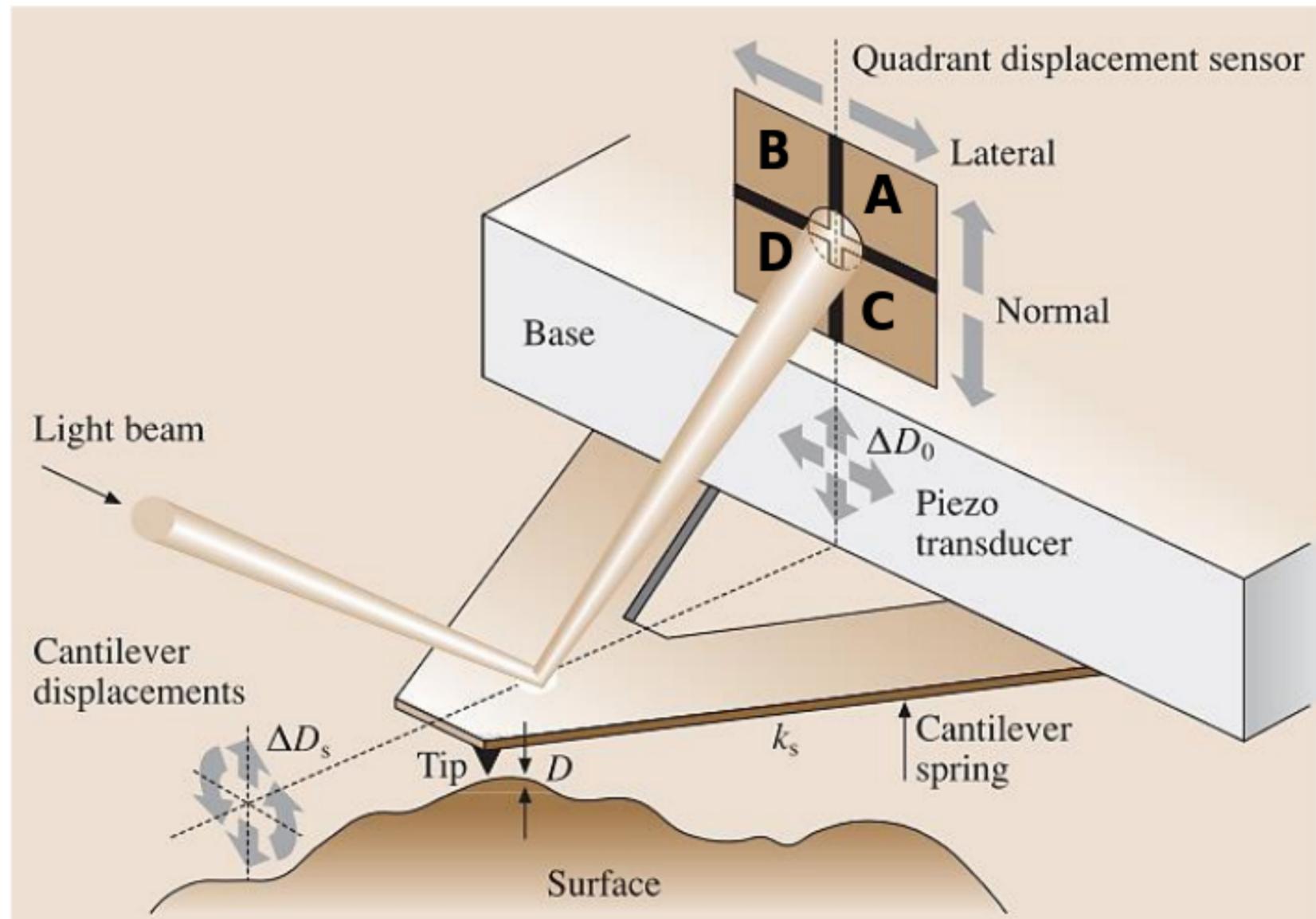
Druck auf die Oberfläche: 10 nN auf ca. 1-10 nm² → 1-10 GPa

Material	E-Modul in GPa	Material	E-Modul in GPa
Metallische Werkstoffe bei 20 °C		Nichtmetallische Werkstoffe bei 20 °C	
Beryllium	303	PVC	1,0 ... 3,5
Baustahl	210 ^[2]	Glas	40 ... 90 ^[2]
V2A-Stahl	180 ^[3]	Beton	20 ... 40 ^[2]
Gusseisen	90 ... 145 ^[2]	Keramik	160 ... 440 ^[4]
Messing	78 ... 123 ^[5]	Holz	10 ... 15 ^[2]
Kupfer	100 ... 130 ^{[6][7]}	Polypropylen	1,3 ... 1,8 ^[8]
Titan	110 ^[2]	Kautschuk	bis 0,05 ^[2]
Aluminium	70 ^[2]	Graphen	ca. 1000 ^[9]
Magnesium	44 ^[5]	Diamant	ca. 1000 ^[10]
Blei	19 ^[5]	Marmor	72 ^[2]
Gold	78 ^[2]	Eis (-4 °C)	10 ^[2]
Nickel	195 ... 205 ^[2]	Hartgummi	5 ^[2]
Wolfram	405 ^[2]	Klinker	27 ^[2]

Laserstrahl \rightarrow Cantilever \rightarrow Viersegment-Photodiode.

Höhenänderung: Veränderung des Photostroms $(A+B) - (C+D)$,

Torsion: Veränderung des Photostroms $(A+C) - (B+D)$.

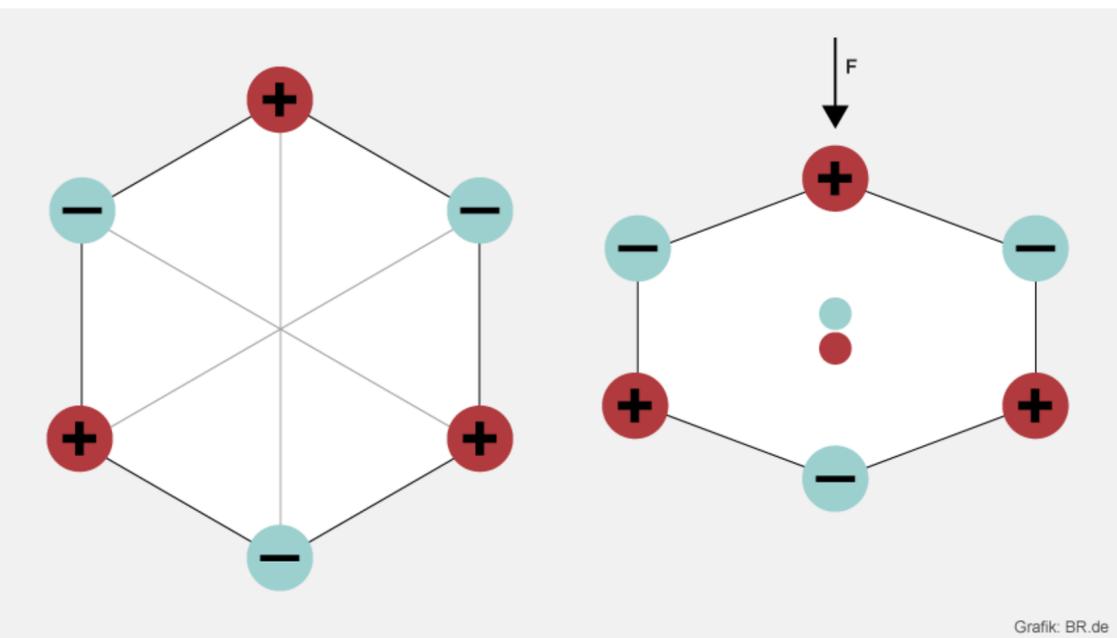


mm Grobannäherung des Cantilevers: Servomotor.

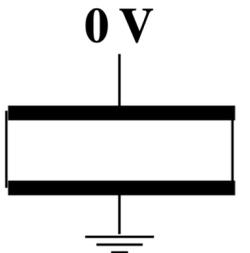
μm - nm Feinannäherung und Oberflächenabrasterung: Piezoröhrensanner.

(Inverser) Piezoeffekt: Positionierung mit subatomarer Präzision.

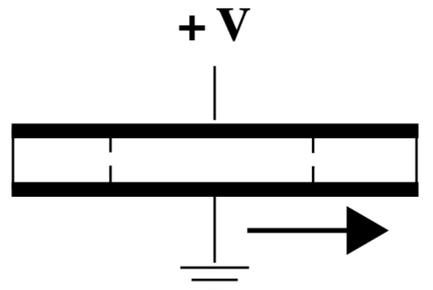
Aber:
zeitliche Verzögerungen ("creep"), Nichtlinearitäten, Hysterese
und bogenförmige x-y-Bewegung müssen berücksichtigt werden!



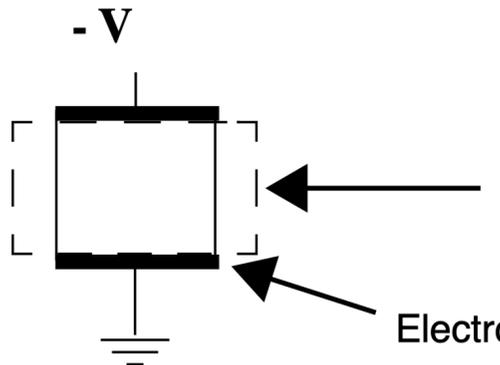
Druck \longleftrightarrow E-Feld



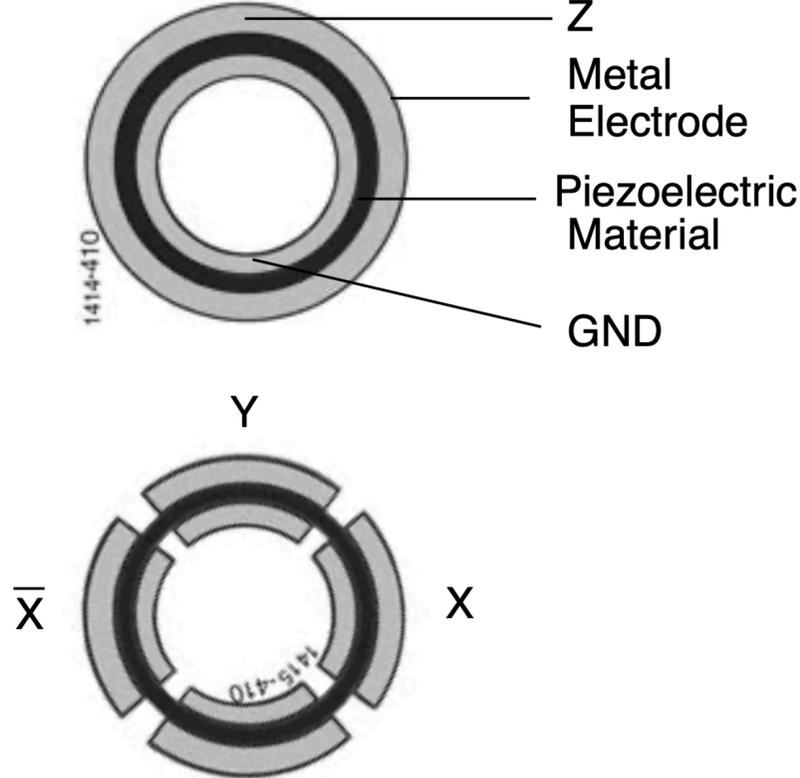
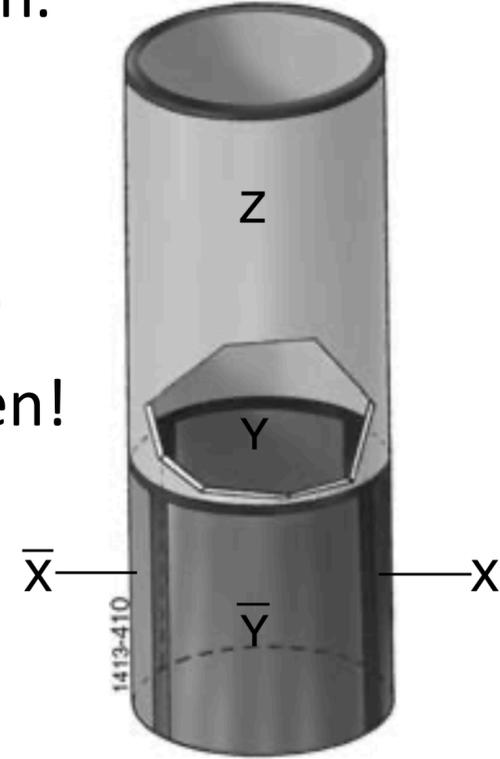
No applied voltage



Extended



Contracted

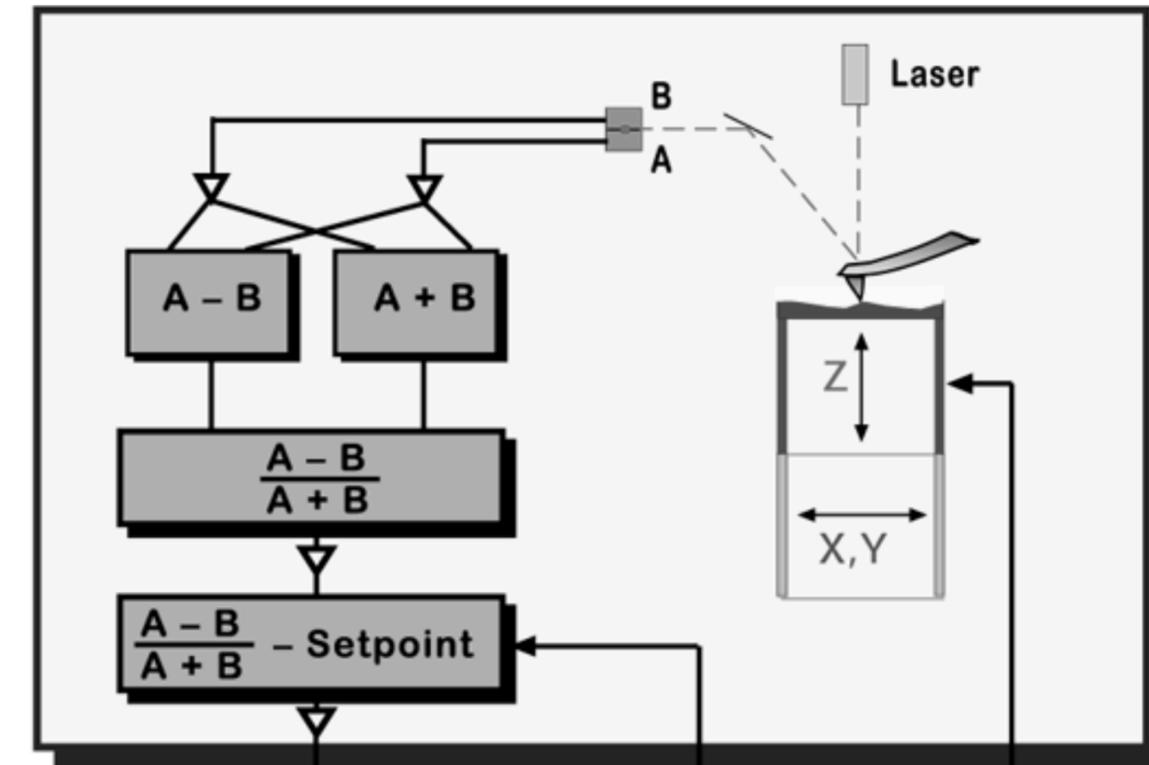


PID-Regler: Parallelschaltung von Regelelementen

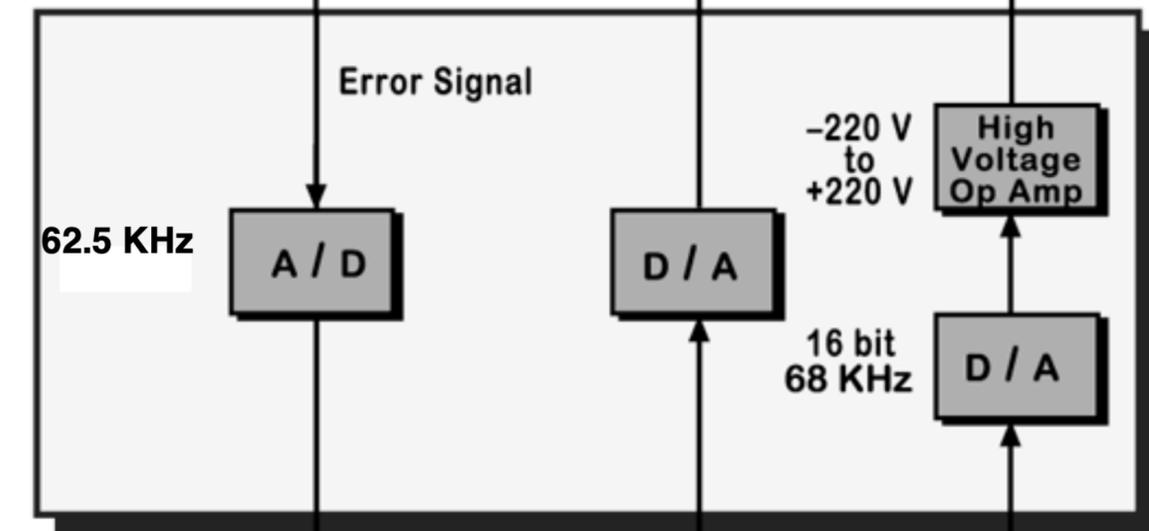
- **Proportional:** reagiert sofort, aber nicht ausreichend (v.A. für große Abweichung)
- **Integral:** reagiert träge, beseitigt Abweichungen vollständig
- **Differential:** reagiert (ausschließlich) auf schnelle Änderung (instabil)
→ wird selten genutzt

$$u(t) = K_p e(t) + K_i \int_0^t e(\tau) d\tau + K_d \frac{de(t)}{dt}$$

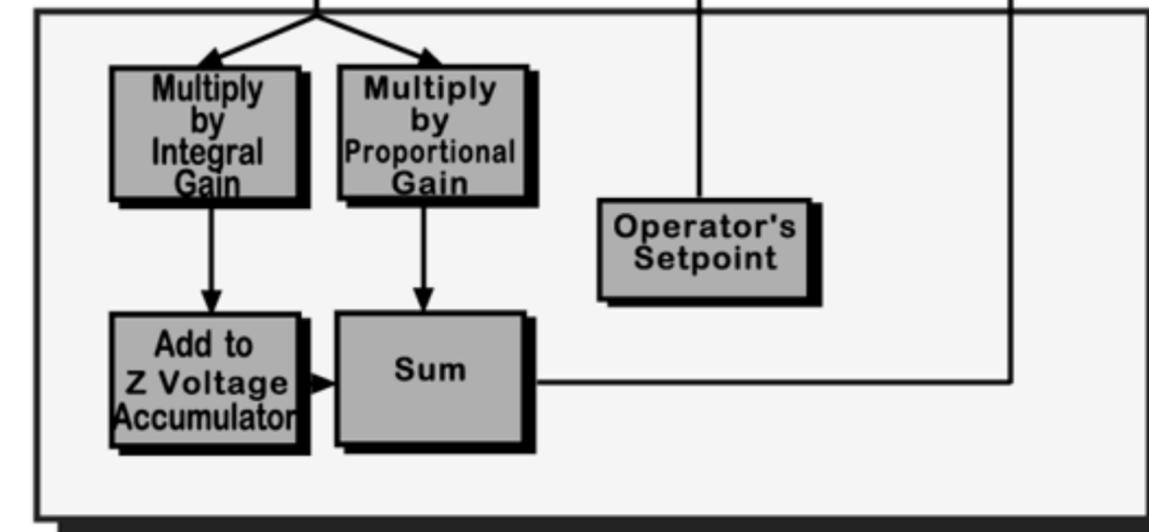
Microscope

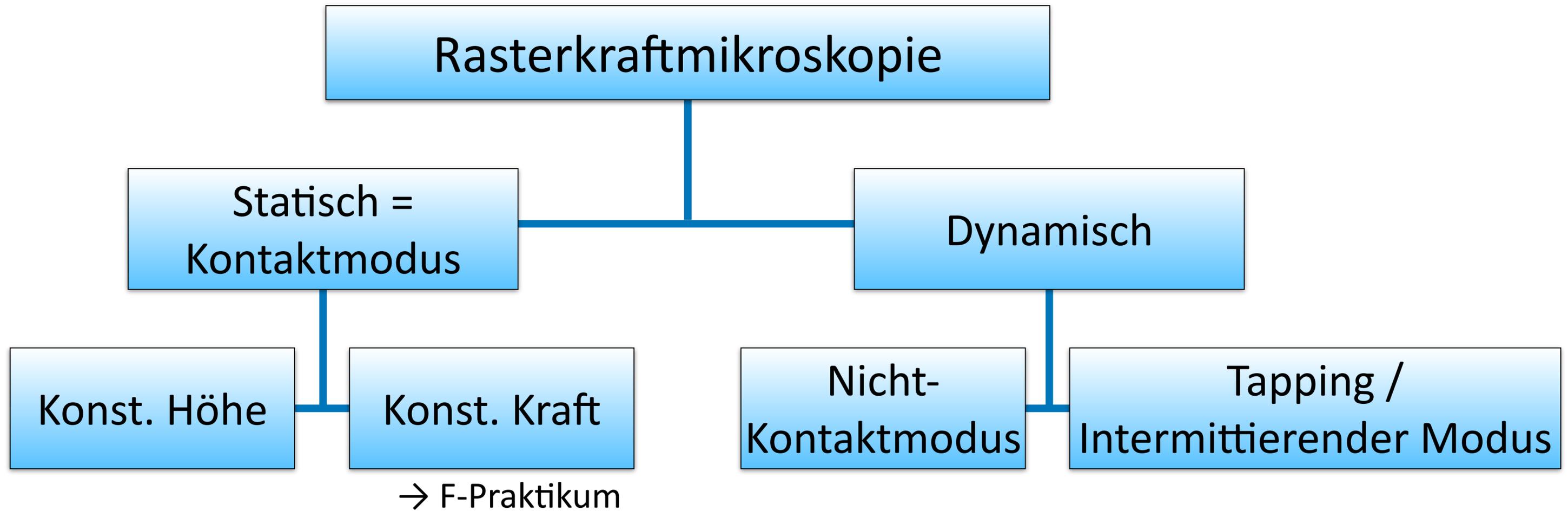


Controller



Computer





Statisch =
Kontaktmodus

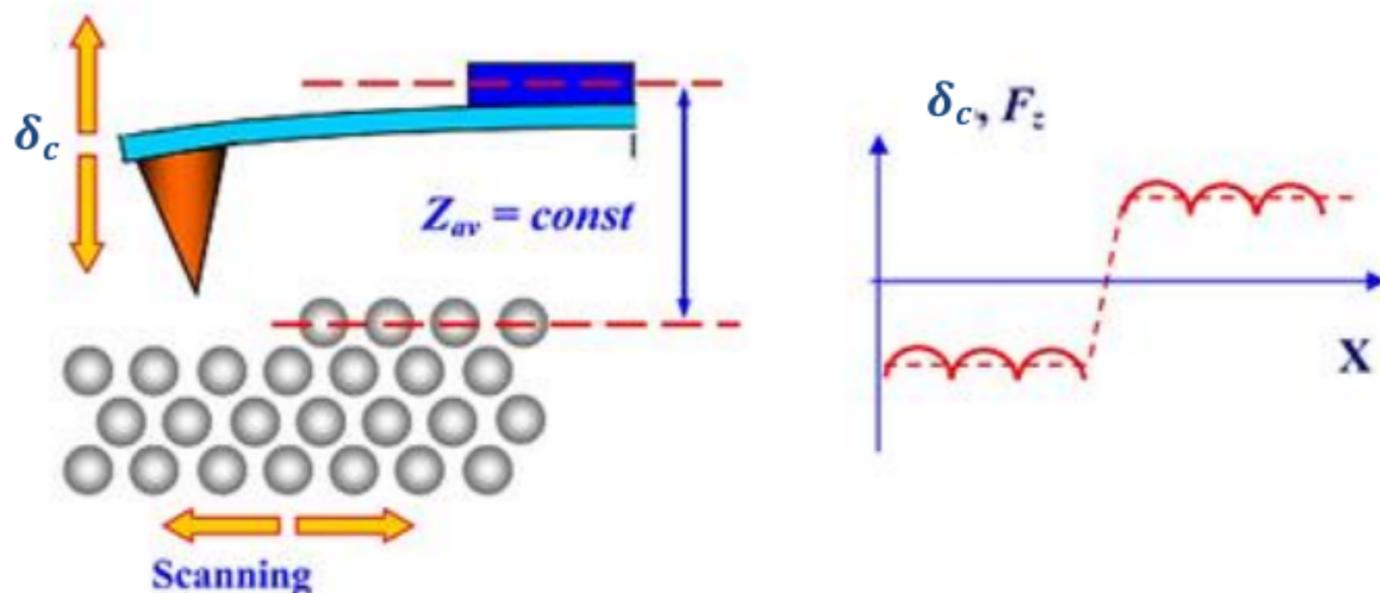
Konst. Höhe

Konst. Kraft

→ F-Praktikum

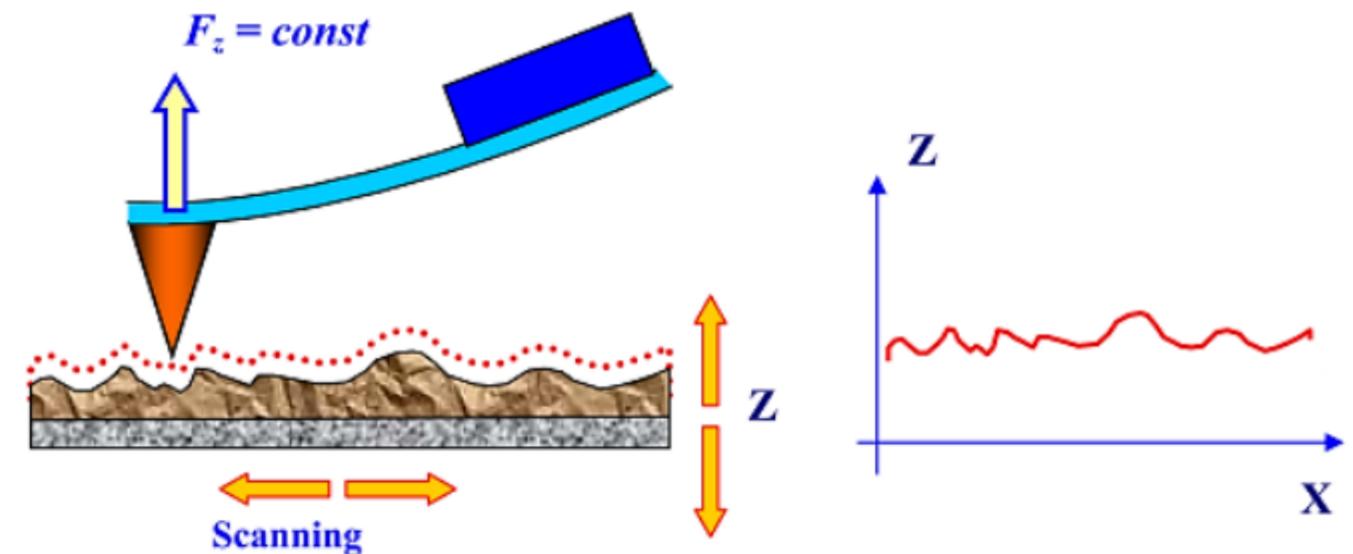
- Kontaktmodus:
 - Detektion der statischen Verbiegung des Cantilevers
 - Schnell (v.A. bei konstanter Höhe), einfacher Aufbau
 - Starker Einfluss von Reibung, Adhäsions- und Kapillarkräften
 - Zerstörung weicher Proben

konstante Höhe → Auslenkung des Cantilever

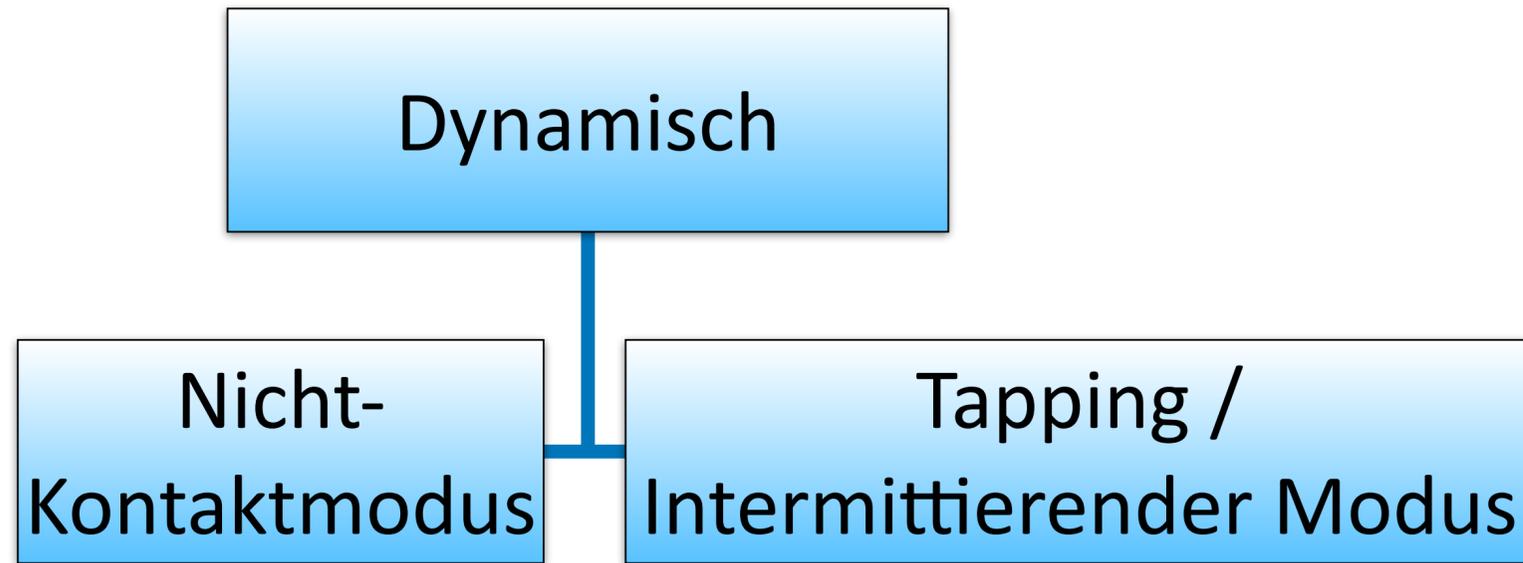


Aufzeichnung der Auslenkung am Photodetektor → AFM Bild

konstante Kraft erfordert aktive Z-Nachregelung

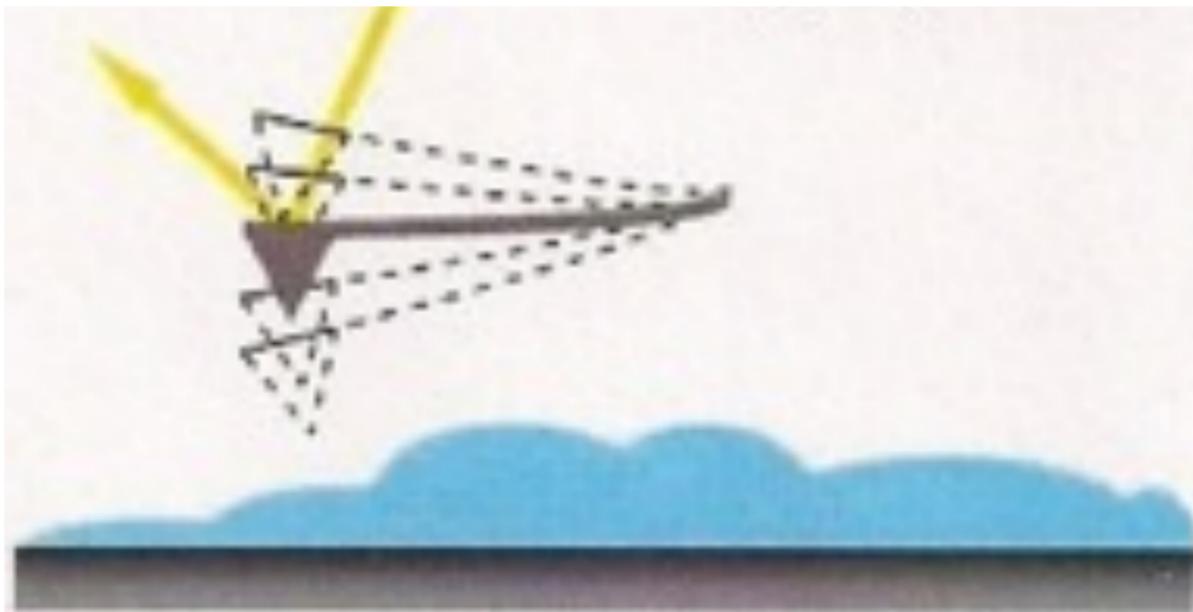


Aufzeichnung der Z-Piezo Ansteuerung → AFM Bild

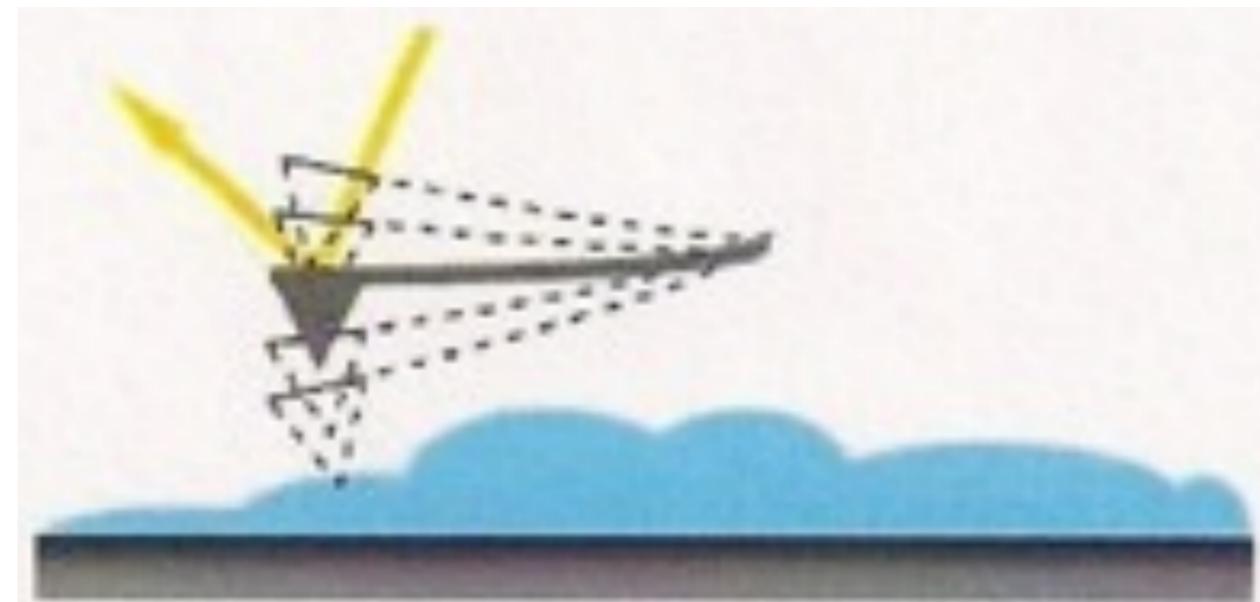


- Nicht-Kontaktmodus:
 - Cantilever schwingt nahe Resonanzfrequenz
→ WW beeinflusst Schwingungsamplitude /-Phase
 - Geringe Krafteinwirkung auf Oberfläche
 - Stärker beeinflusst durch Adsorbate
 - Geringere laterale Auflösung

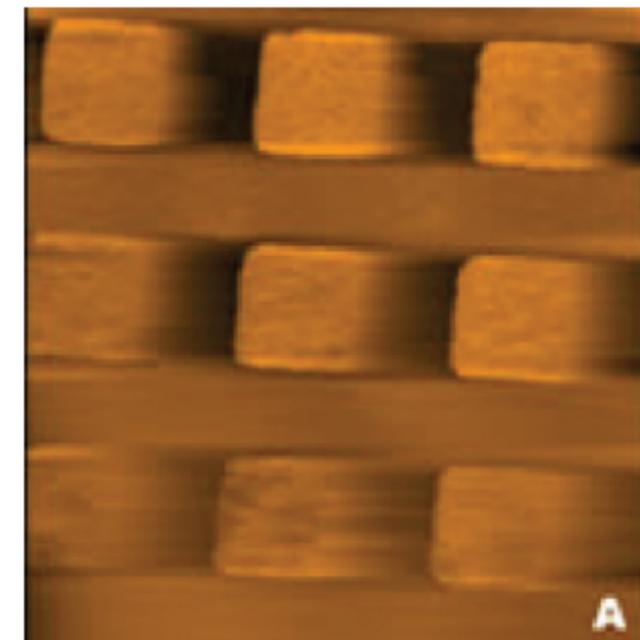
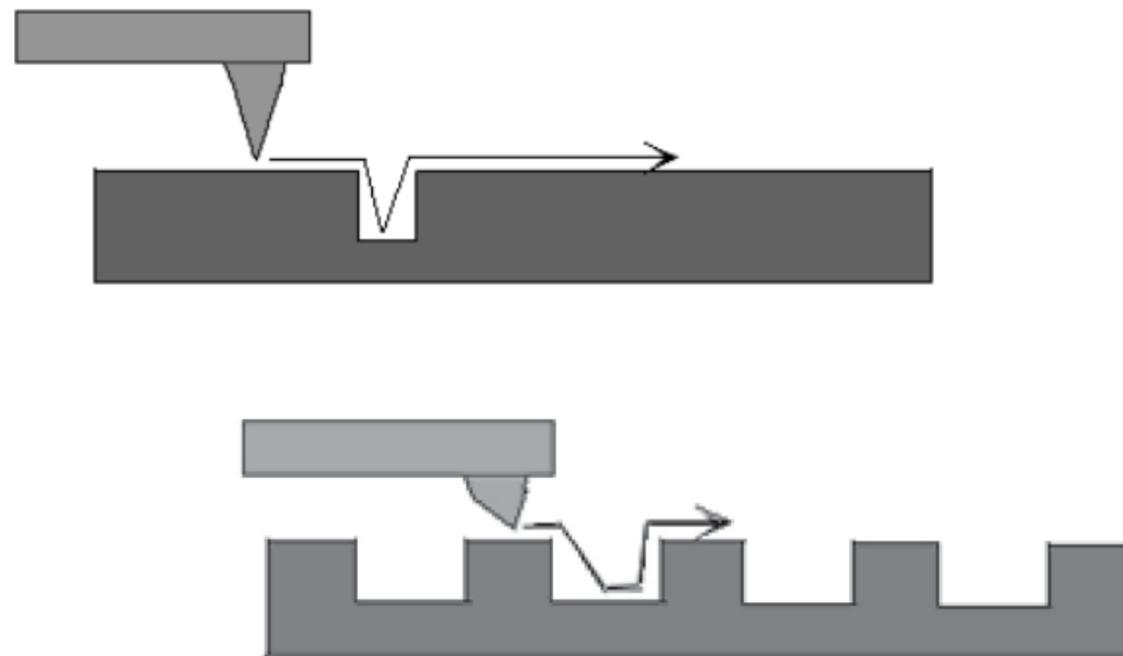
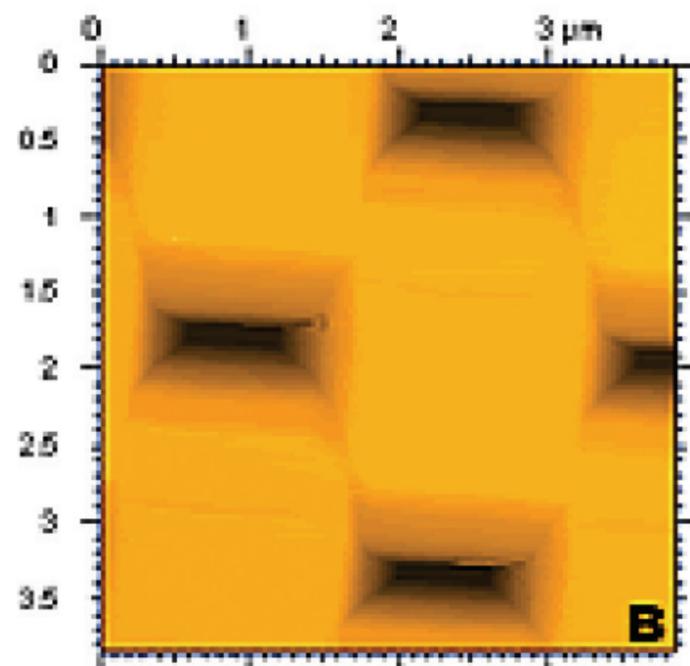
Nicht-Kontaktmodus über der Ofl.



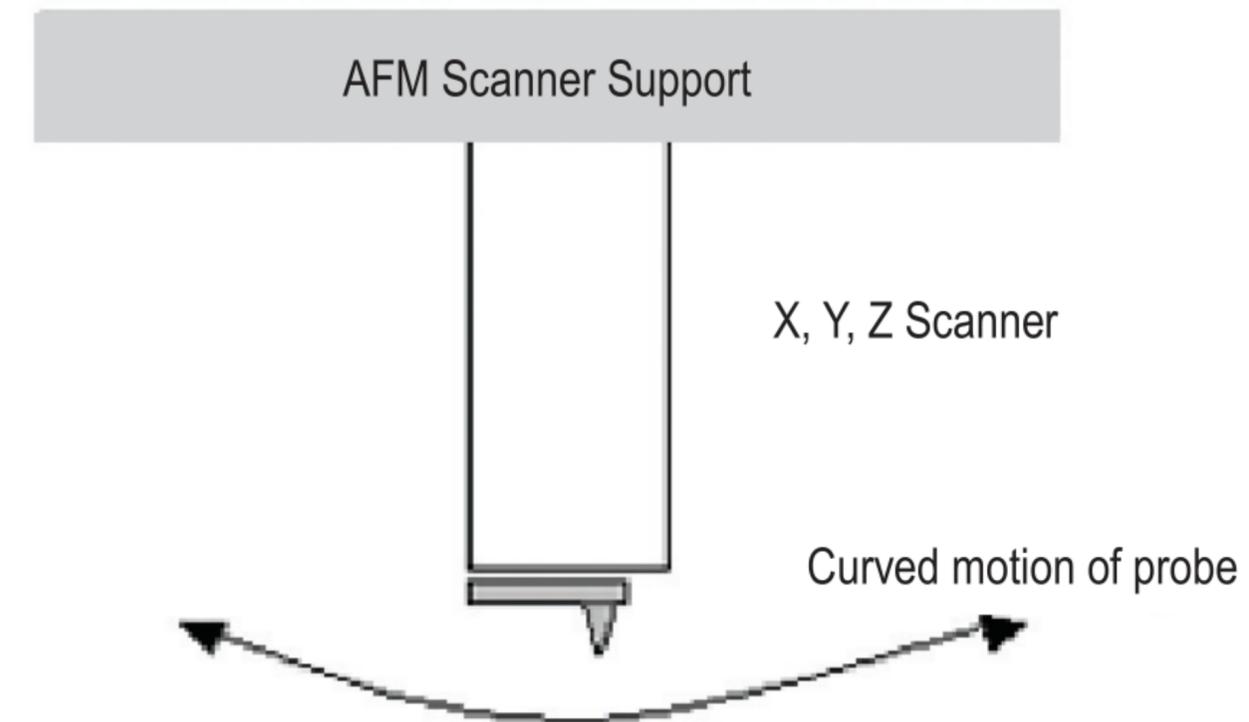
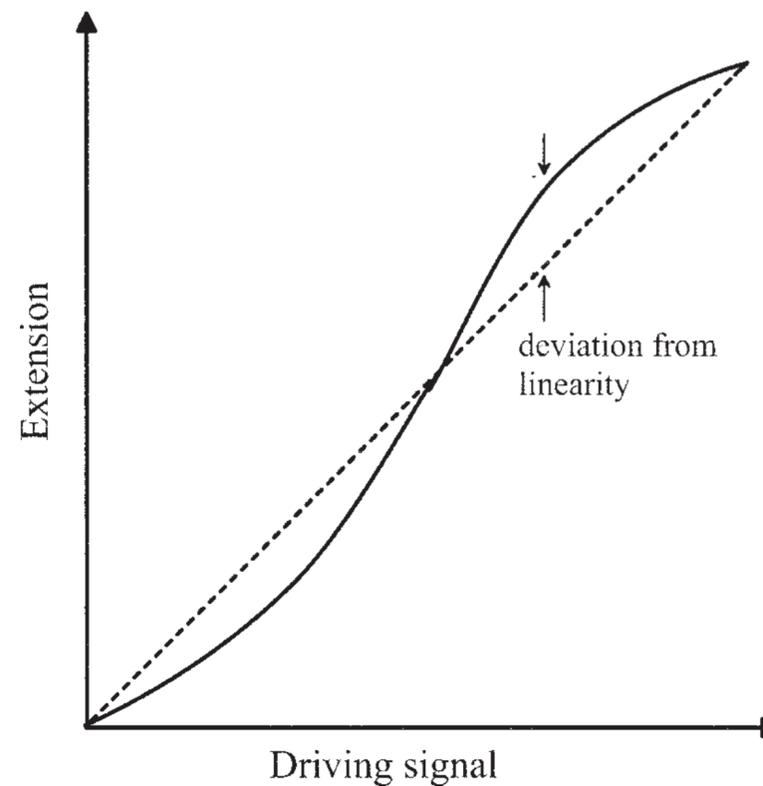
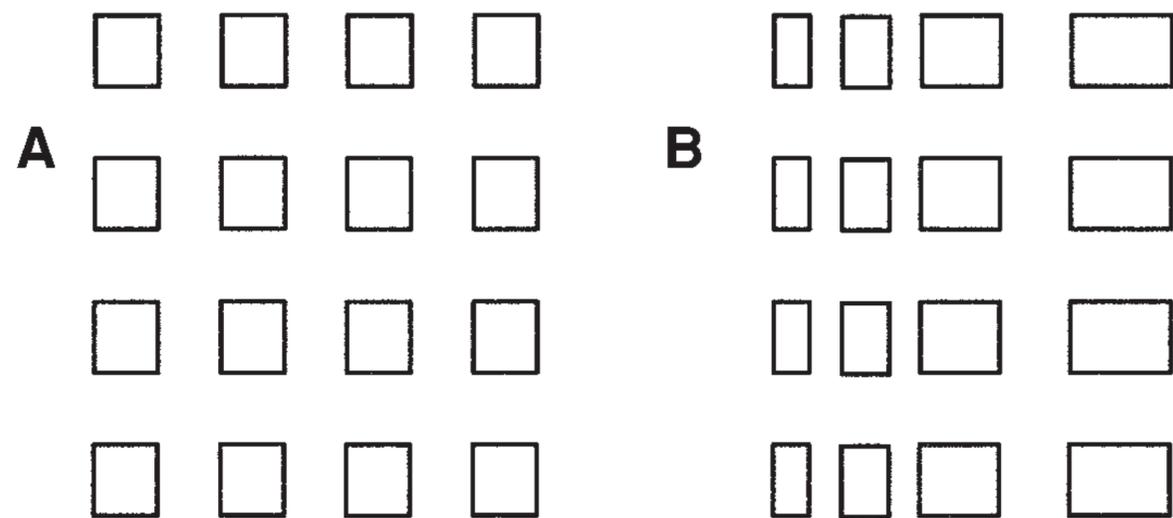
Tapping Modus berührt die Ofl.



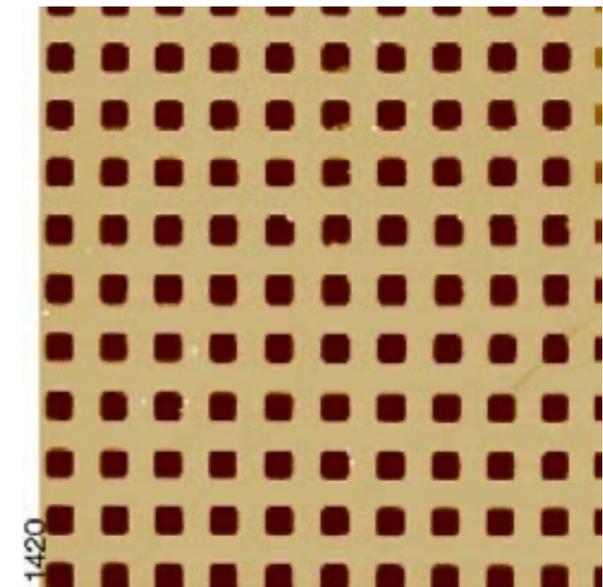
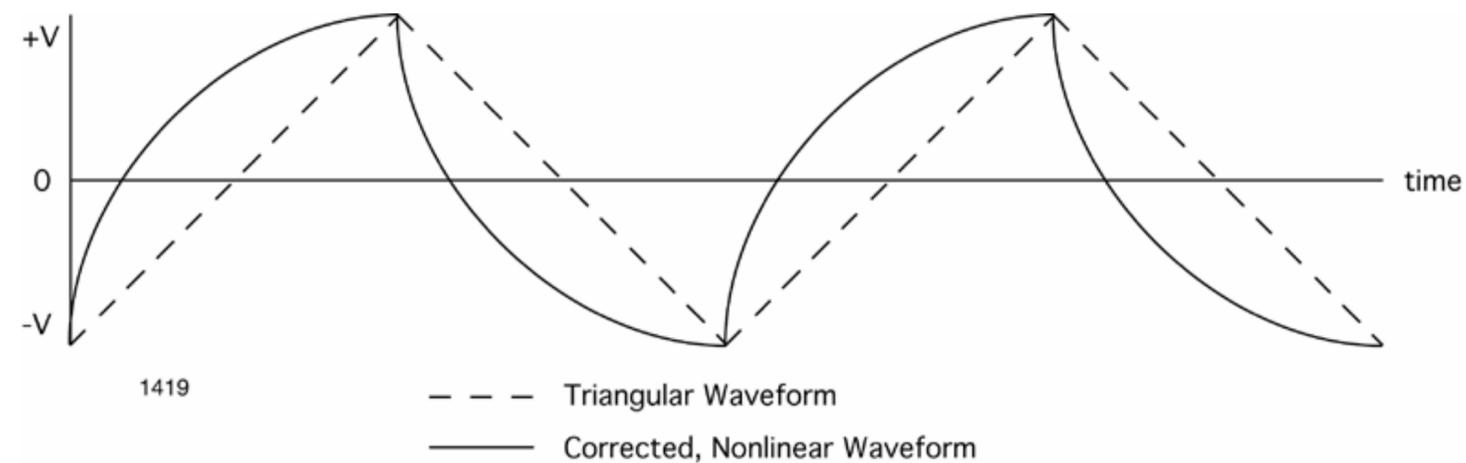
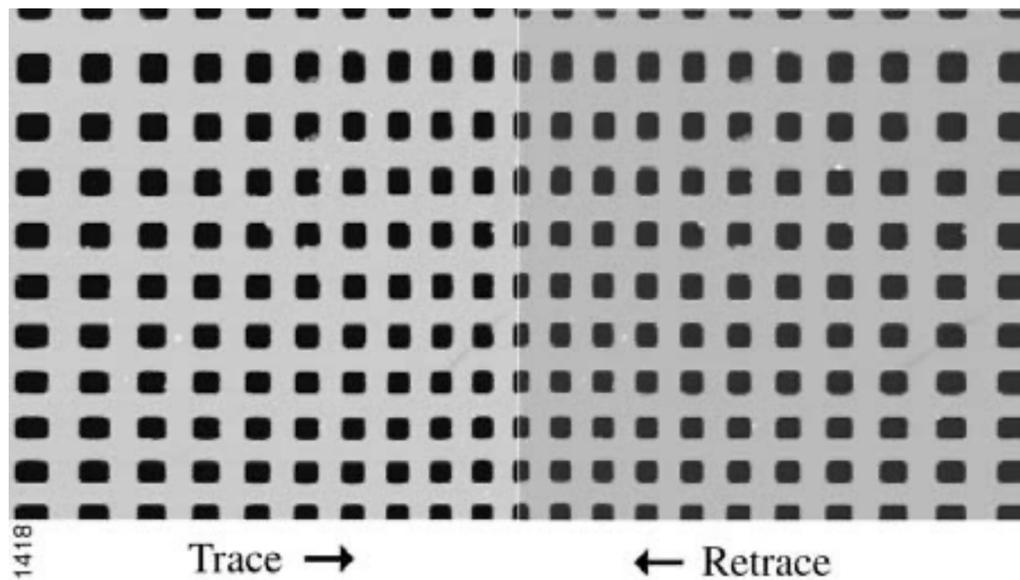
- Messsonde
 - AFM-Bild = **Faltung aus Spitzengeometrie und Oberfläche**
 - Features erscheinen verbreitert / verschmälert?
 - Spitzenradius sollte deutlich kleiner als abzubildende Struktur sein!
 - Senkrechte Flanken erscheinen abgeschrägt
 - Spitze mit geringem Öffnungswinkel zur Abbildung tiefer Strukturen?
 - Asymmetrie / merkwürdig geformte Strukturen
 - Spitze kaputt?
 - Plötzliche Veränderung der Struktur
 - Dreck aufgesammelt?

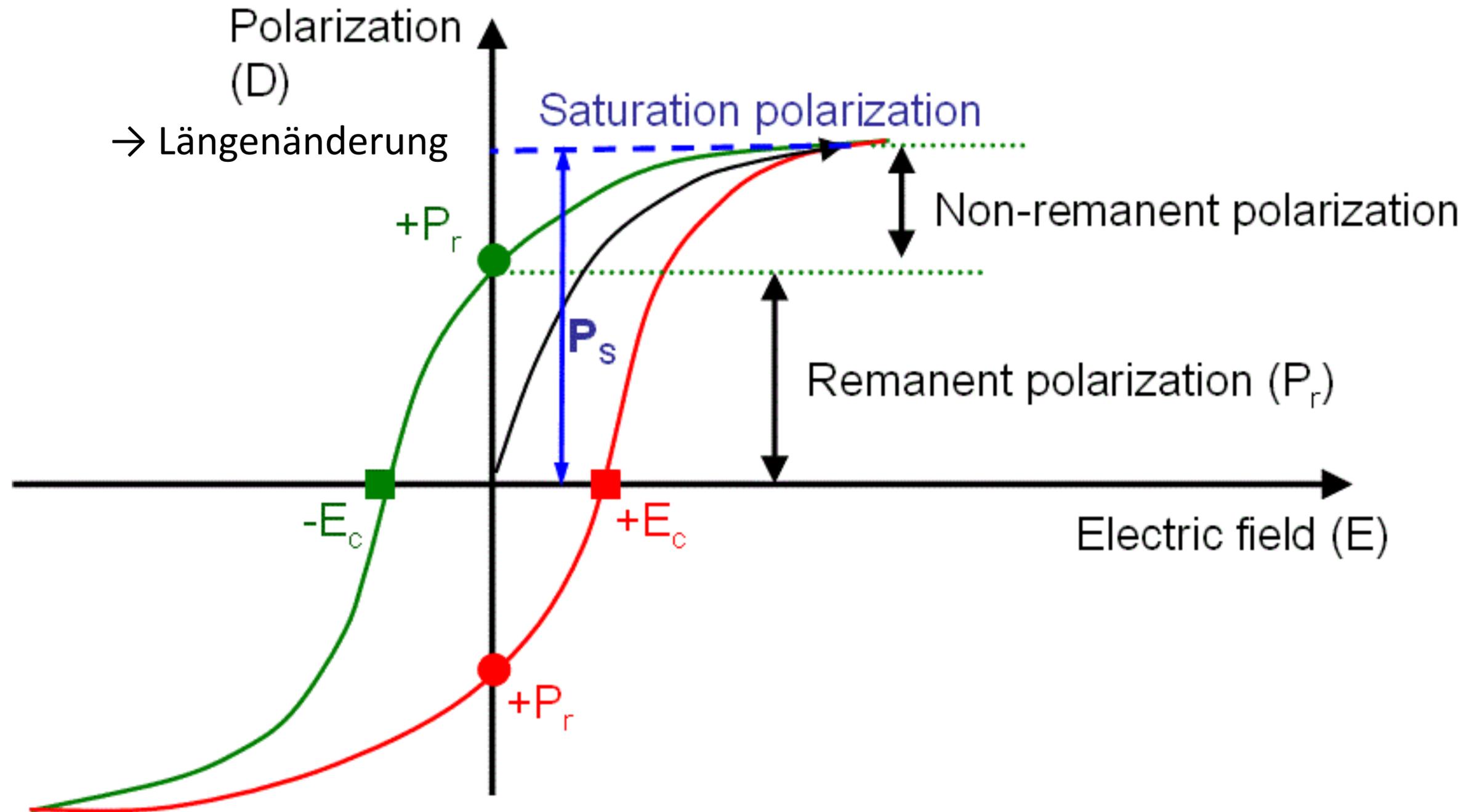


- Piezoscanner
 - Asymmetrische Seitenflanken → Spitze steht senkrecht zur Oberfläche?
 - Bild verzerrt → xy-Scanner linear und kalibriert?
 - Fehlerhafte Höhenwiedergabe → z-Scanner linear und kalibriert?
 - Untergrund schief / gebogen → Großer xy-Offset? Untergrundkorrektur?



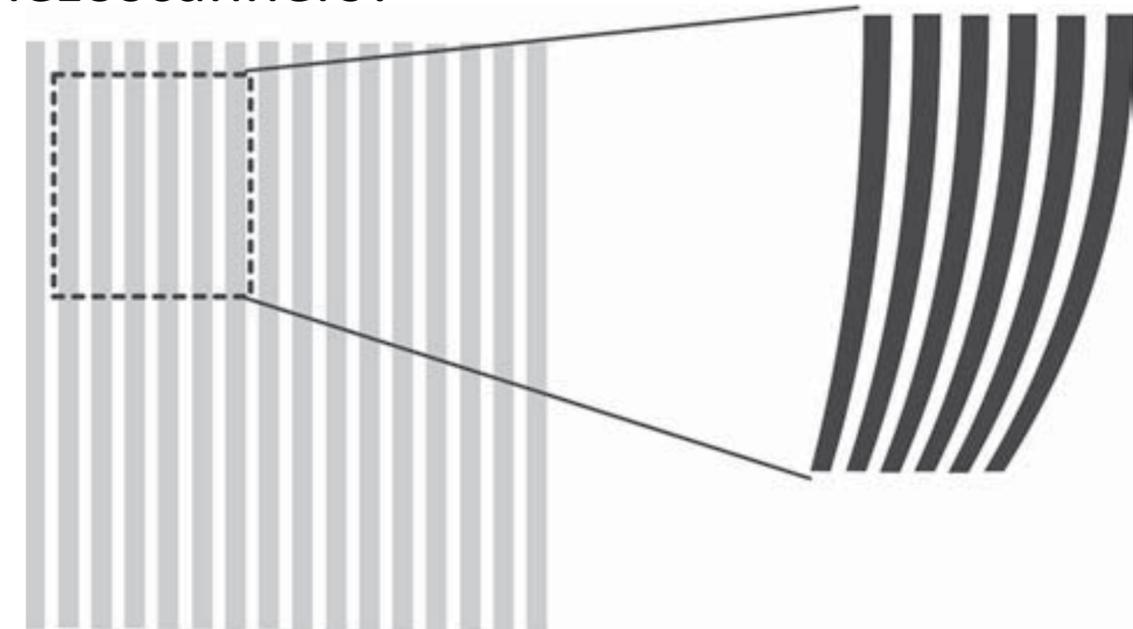
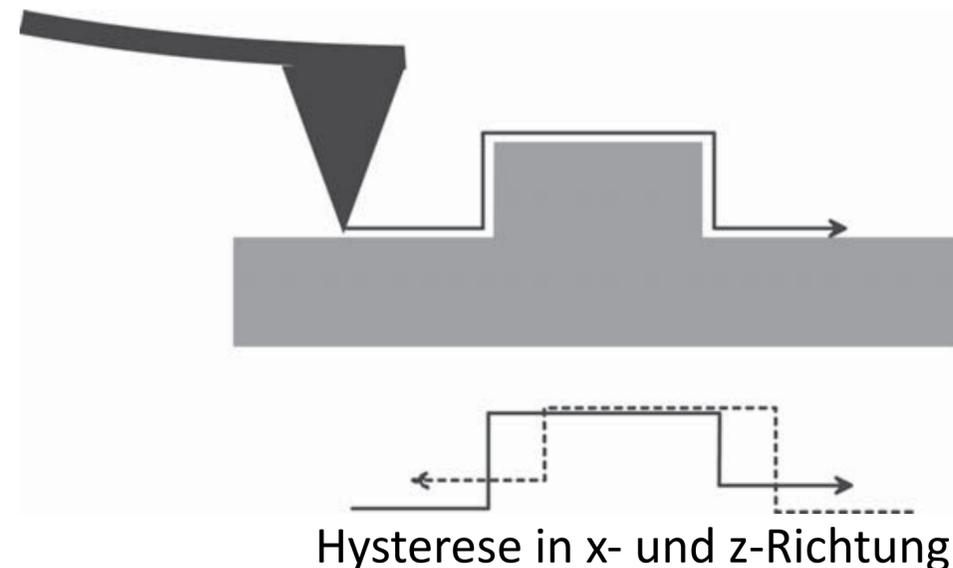
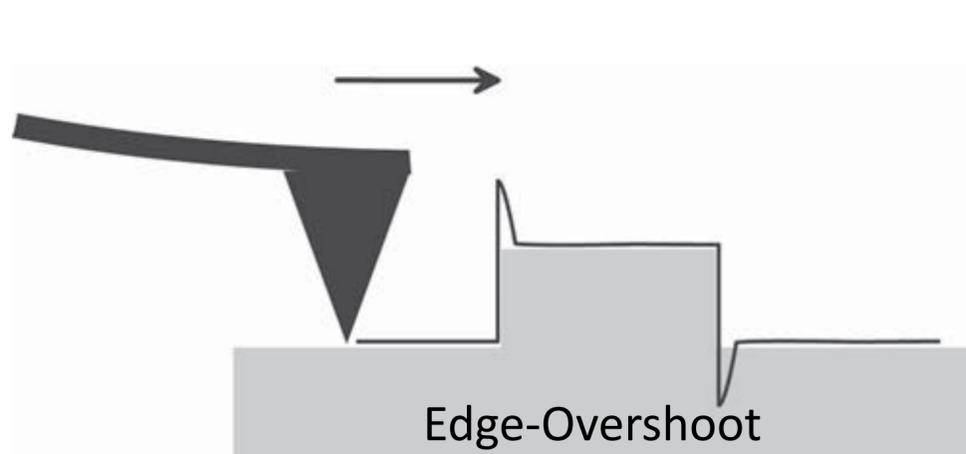
- Piezoscanner
 - Asymmetrische Seitenflanken → Spitze steht senkrecht zur Oberfläche?
 - Bild verzerrt → xy-Scanner linear und kalibriert?
 - Fehlerhafte Höhenwiedergabe → z-Scanner linear und kalibriert?
 - Untergrund schief / gebogen → Großer xy-Offset? Untergrundkorrektur?





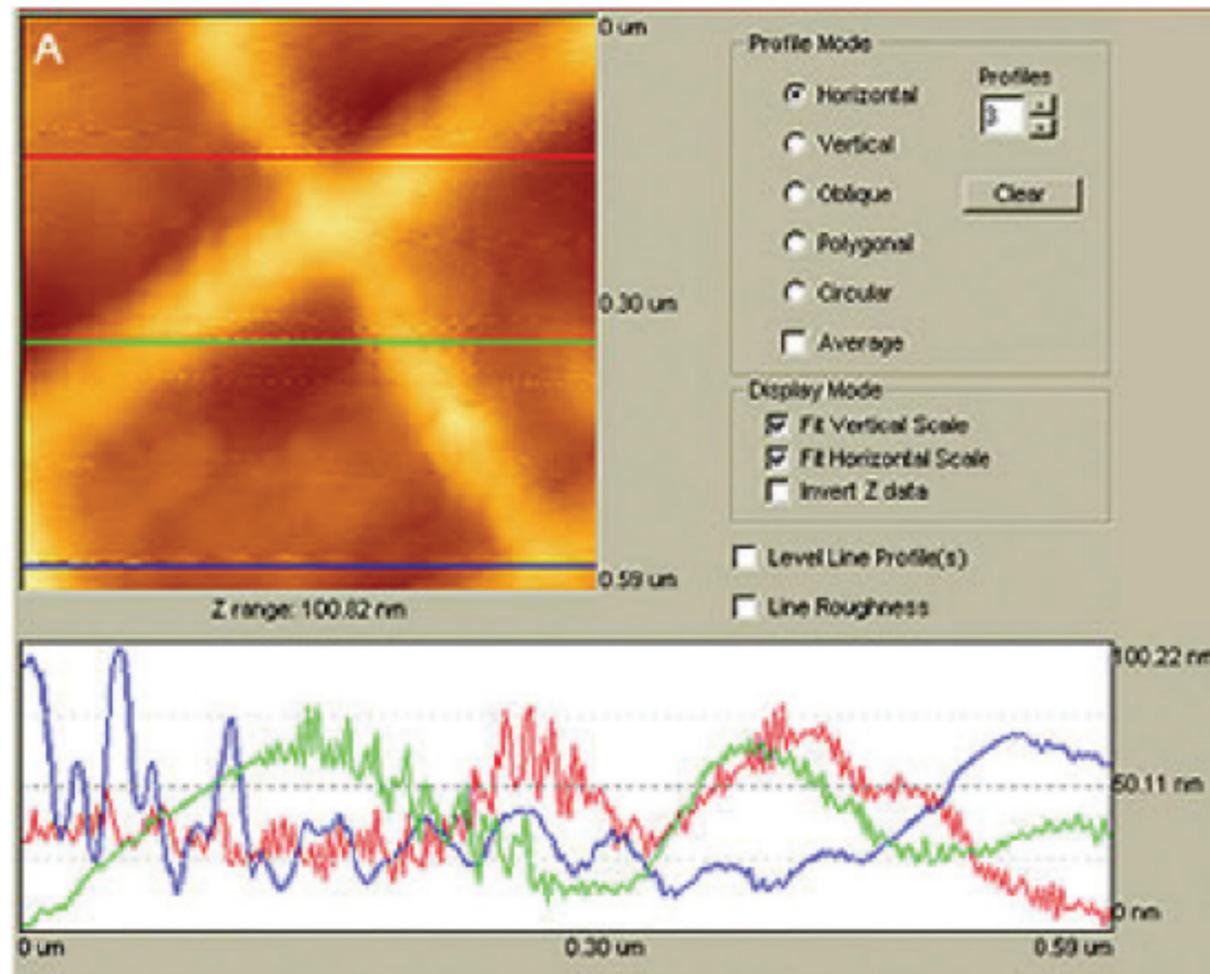
Analog wie bei magnetischem H-Feld und Magnetisierung von Para- und Ferromagneten.

- Piezoscanner
 - Überschwingen an Stufenkanten (Edge-Overshoot)
 - Inkorrekte Einstellung / Übersteuerung des PI-Reglers?!
 - (Die Spitze taucht gar nicht in die Oberfläche ein)
 - Verzerrung am Anfang des Scans
 - Piezo driftet ("creep")?
 - Winkelverzerrung
 - Crosstalk zwischen x,y und/oder z-Bewegung des Piezoscanners?

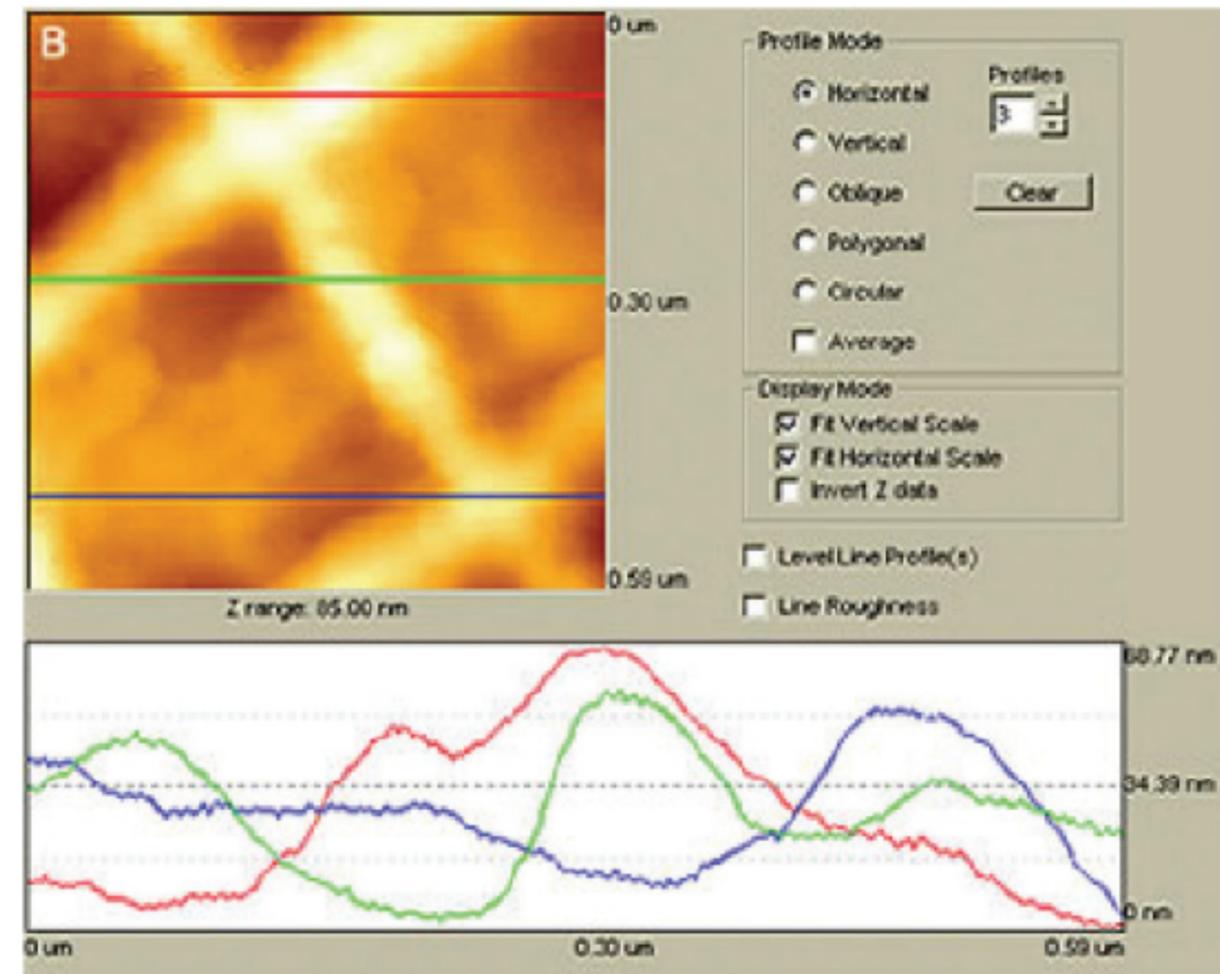


Nicht die tatsächliche Topographie, sondern Spannungen der Piezo Ansteuerung werden aufgezeichnet → AFM Bild

- Vibrationen
 - Gebäudeschwingung (typ. ~ 5 Hz)
 - Entkopplung zum Boden? Skaliert Störsignal mit Scangeschwindigkeit?
 - Akustische Vibrationen → Lautes Geräusch / Gespräch / ... ?
 - Luftzug → Tür wurde geöffnet? Viel Bewegung im Raum?

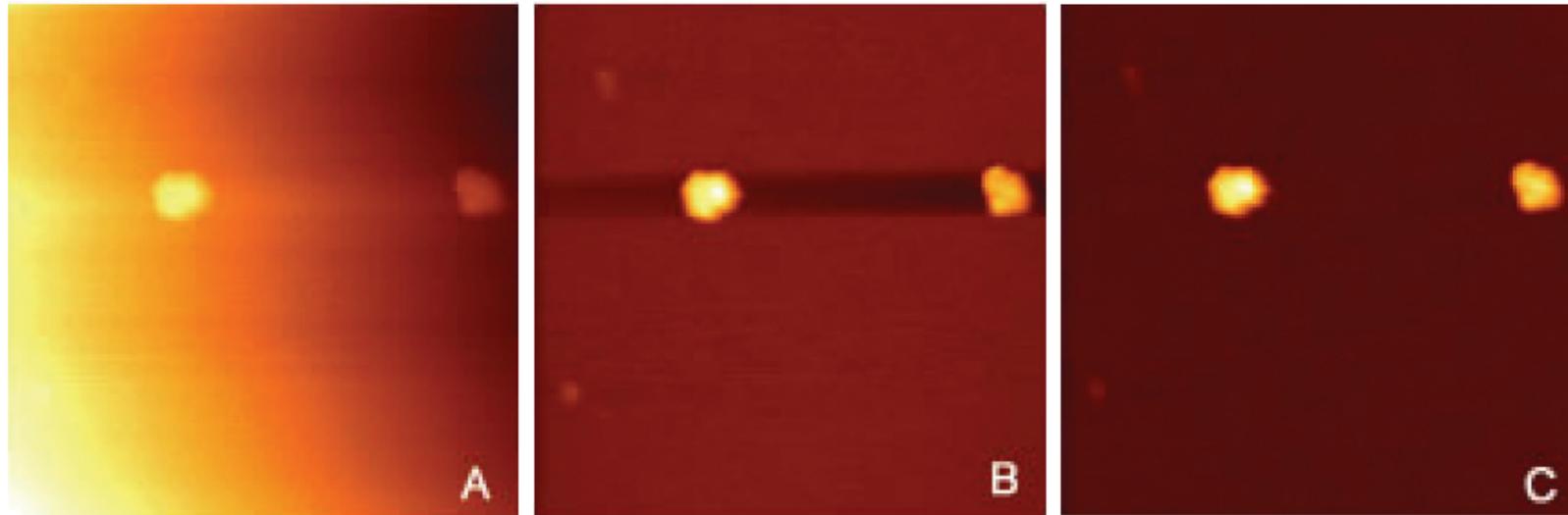


verrauscht



rauscharm

- Bildverarbeitung
 - Stufe im Hintergrund zwischen Strukturen
 - Fehlerhaftes Levelling (line-by-line vs. Ebene)?
 - Verzerrte Stufenform
 - Verzerrung durch Tiefpassfilter?
 - Generell: Daten nur so viel glätten/filtern wie nötig!



Rohdaten

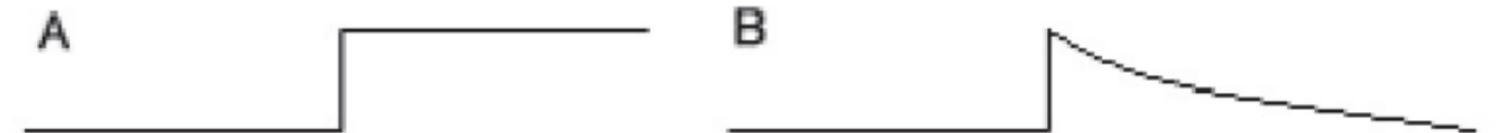
→ Ofl. steht schräg

linienweise Korrektur

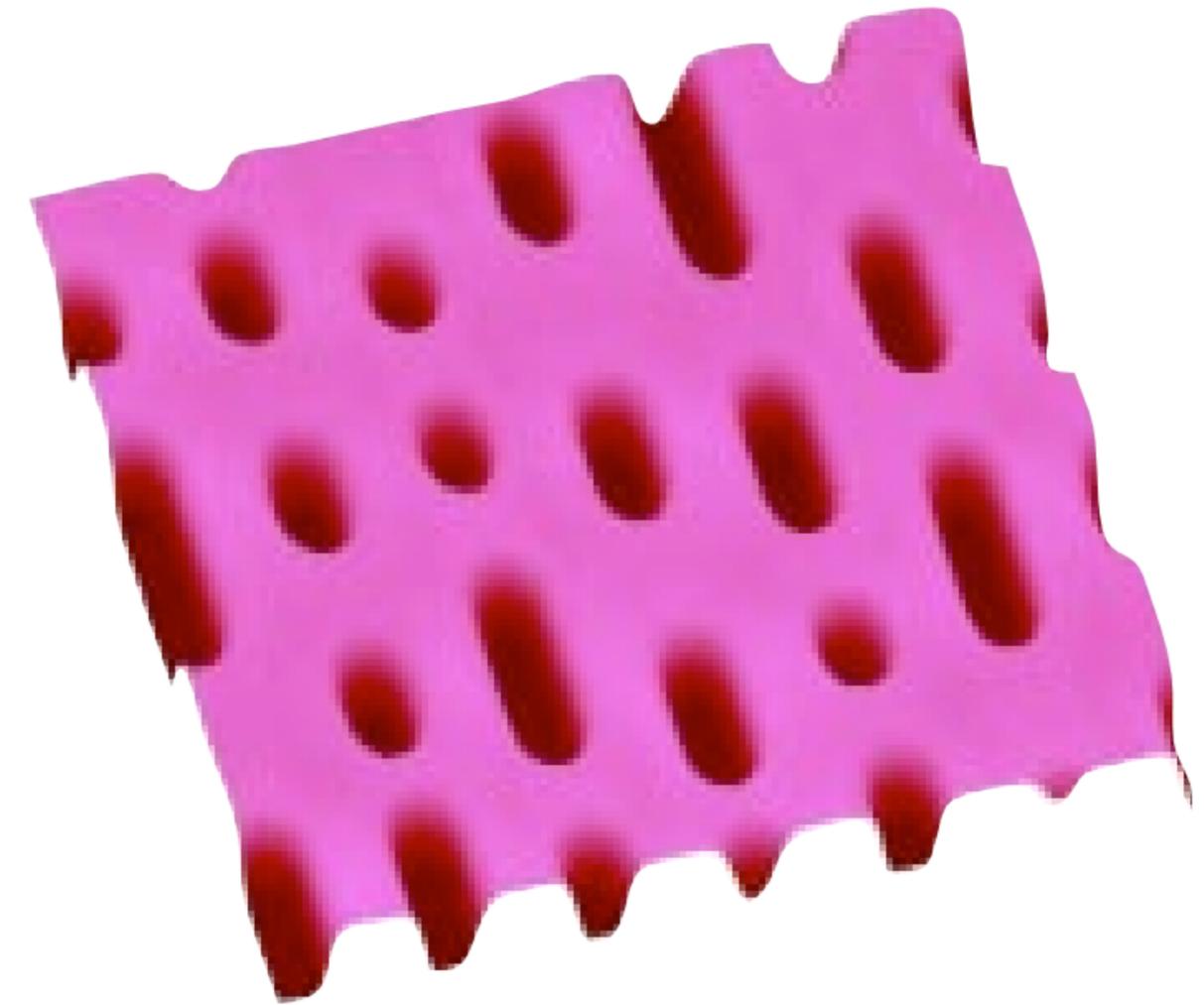
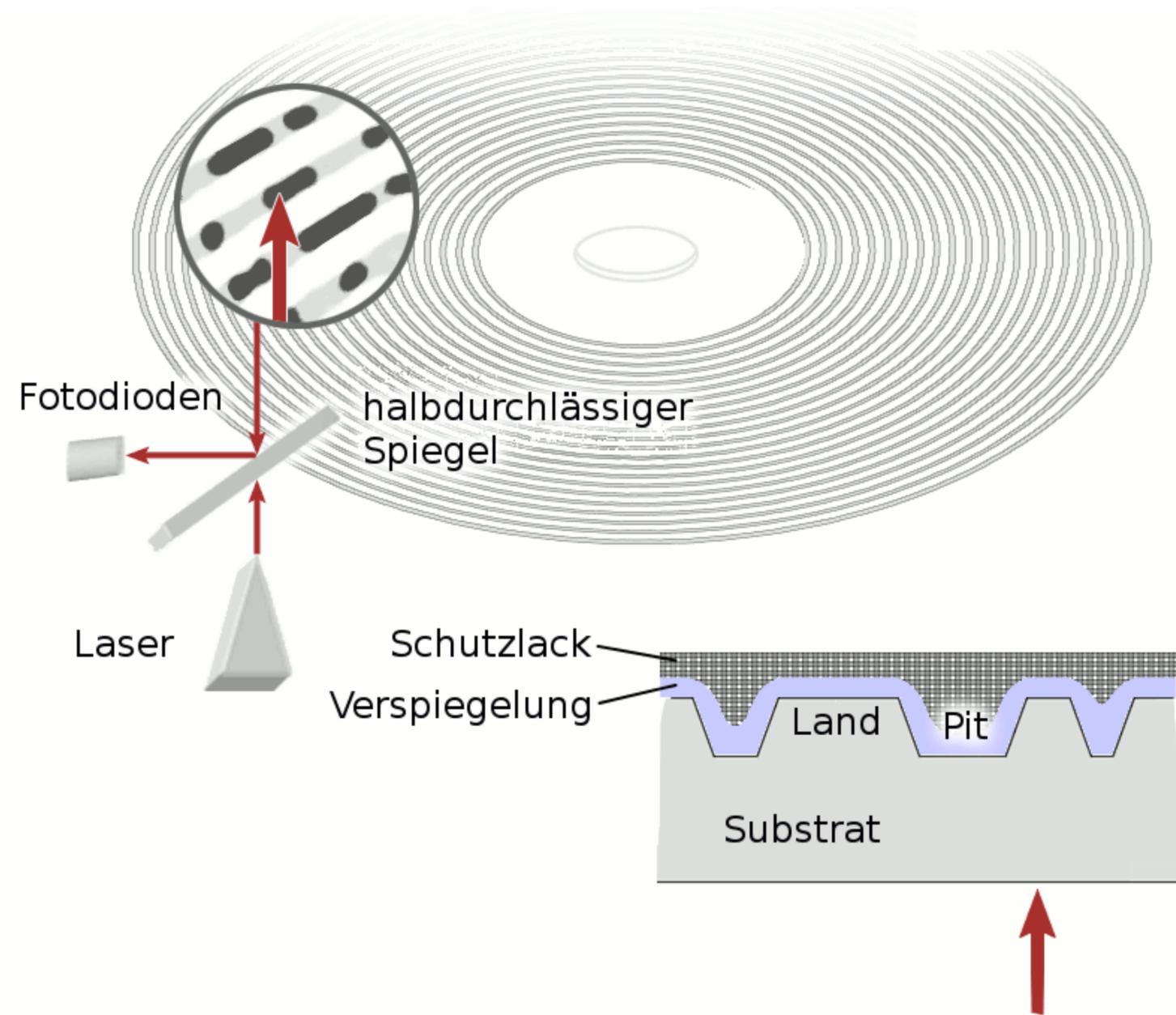
→ vertiefte Linien

Ebenen-Korrektur

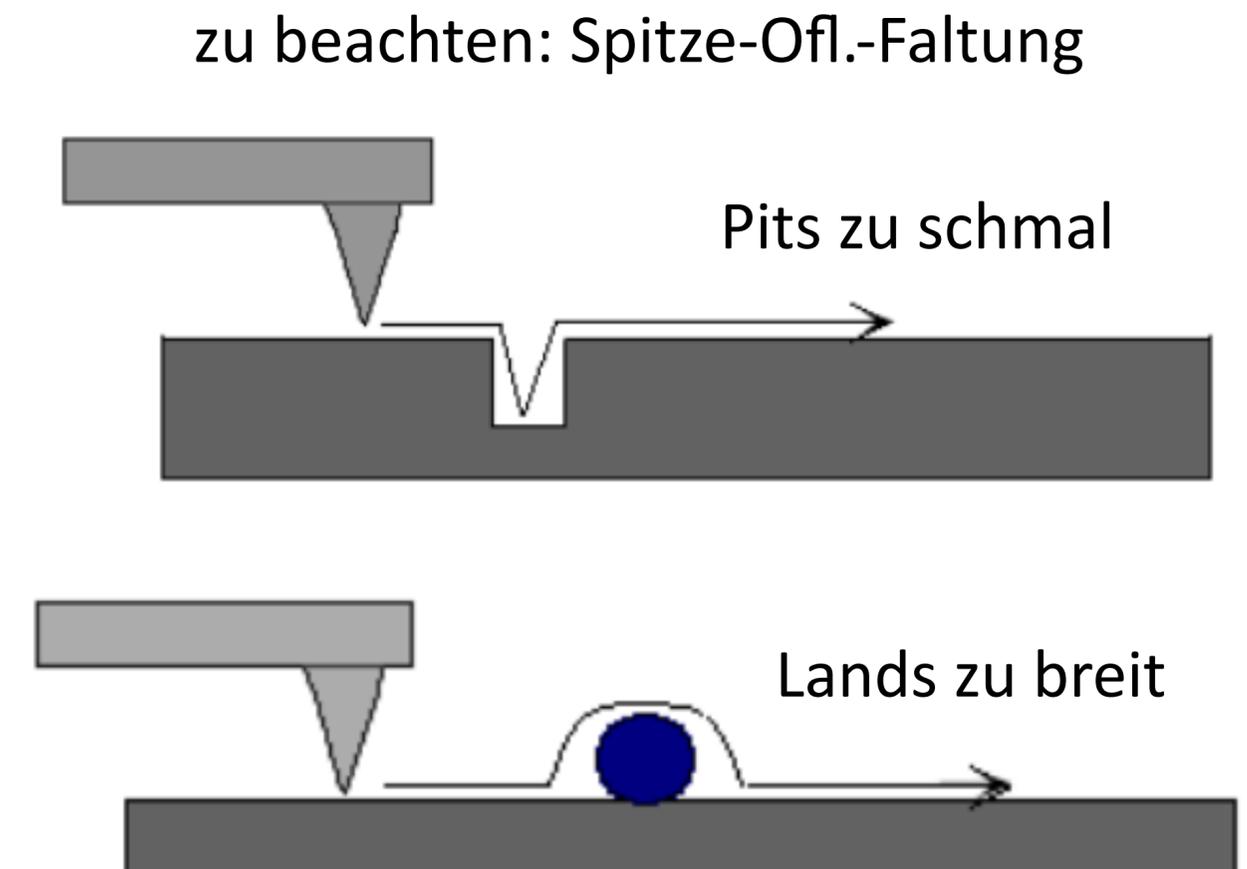
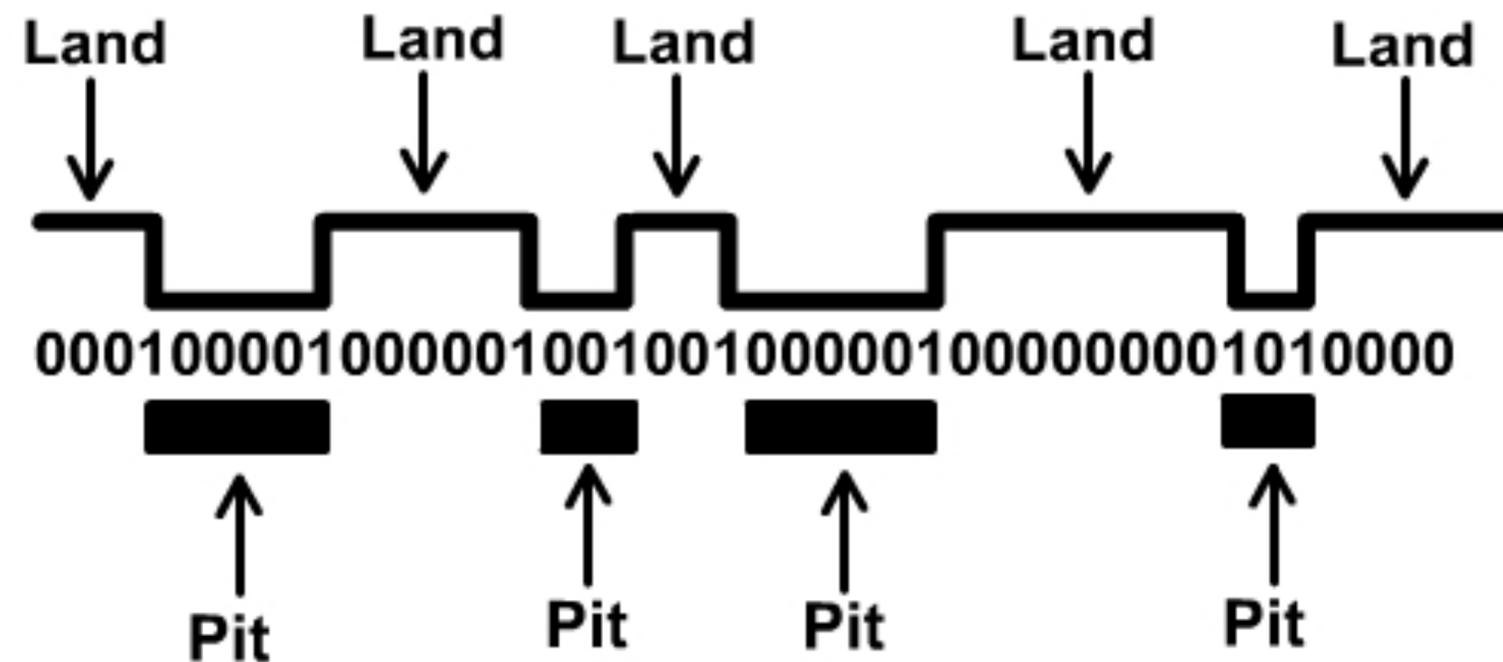
→realistisches Bild



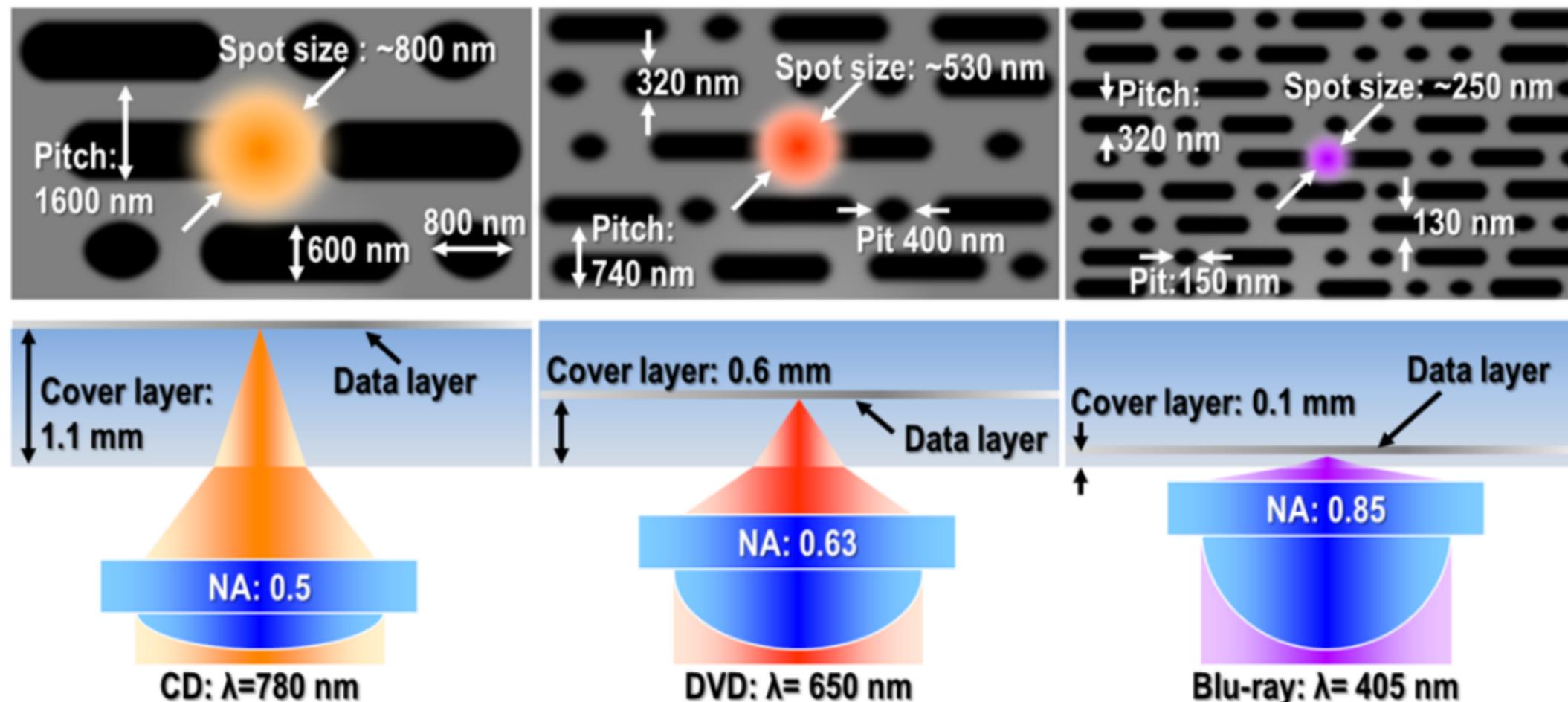
- Daten codiert als Vertiefungen (pits) und Erhöhungen (Lands) verschiedener Länge, die spiralförmig von innen nach außen angeordnet sind



- Auslesen erfolgt via Laser (CD 780 nm, DVD 650 nm, BD 405 nm)
- Höhenunterschied zwischen pits und lands ($\lambda/4$) erzeugt destruktive Interferenz im Bereich der Stufen
→ Modulation der reflektierten Lichtintensität
- Stufenwechsel entspricht 1, kein Stufenwechsel entspricht 0
→ Pit und Land sind informationstechnisch identisch



- Spurbreite
 - Annähernd perfekt fokussierter Laserstrahl, Strahldurchmesser resultiert aus Beugung an Linsenapertur (Airy-Scheibchen)
 - Spurbreite etwas größer als theoretisch möglich
 - Auslesen weniger Fehleranfällig



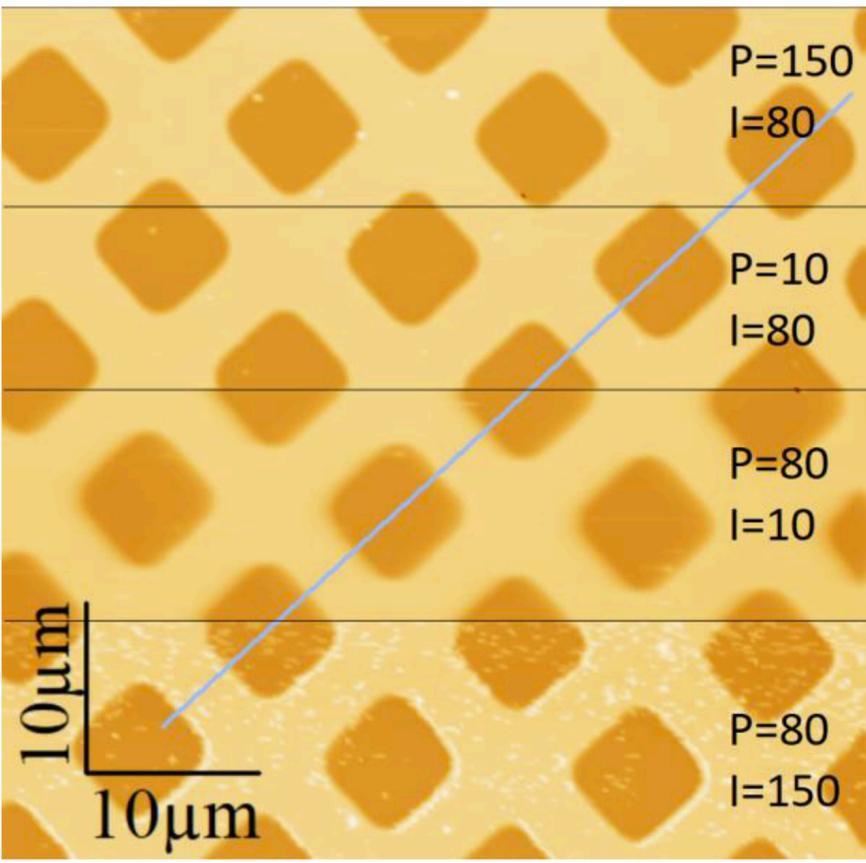
- Spurlänge
 - Beispiel CD: 1.6 μm Spurbreite, Datenbereich 25-58 mm Radius
 - ~21k Spuren mit Gesamtlänge von ~5.4 km
- Kodierung einer CD
 - Pits und lands stellen nicht direkt die Datenbits dar, stattdessen wird die “*eight-to-fourteen modulation*” verwendet: jedes 8-bit Datenbyte wird durch 14 bit ausgedrückt (auf eine 1 folgen mindestens zwei und höchstens zehn 0er) + 3 merge bits
 - Kleinstmögliche Länge für pit+land (2x833 nm) entspricht demnach 1,0,0,1,0,0 (6 bits)
 - 1 B = 17 bit, 6 bit = 1666 nm → ~1.1 GB pro CD
 - zusätzliche Fehlerkorrektur: 9 bit für je 24 bit Daten + **weitere Korrekturen**
 - DVD und BluRay verwendet weiterentwickelte + andere Kodierungen

Prozentsatz von Nutzdaten an den Rohdaten: CD = 28,6%; DVD = 42,3%; BluRay = 57%

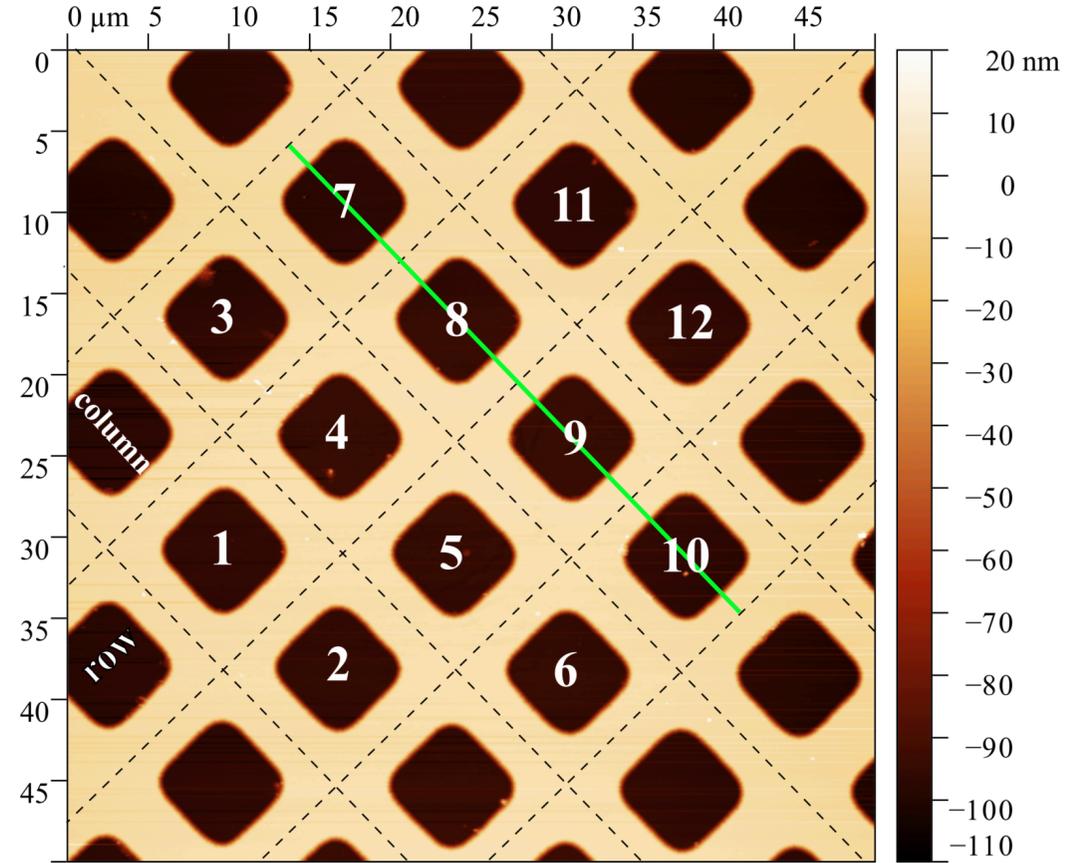
Bit-Folge	CD	DVD	Blu-ray
101	–	–	0.149
1001	–	0.4	0.224
10001	0.83	0.534	0.298
100001	1.038	0.667	0.373
1000001	1.245	0.800	0.447
10000001	1.453	0.933	0.522

Tabelle 1: Theoretische Pit-/Land-Länge für verschiedene Bit Folgen und Speichermedien. Die Angabe der Länge erfolgt in μm .

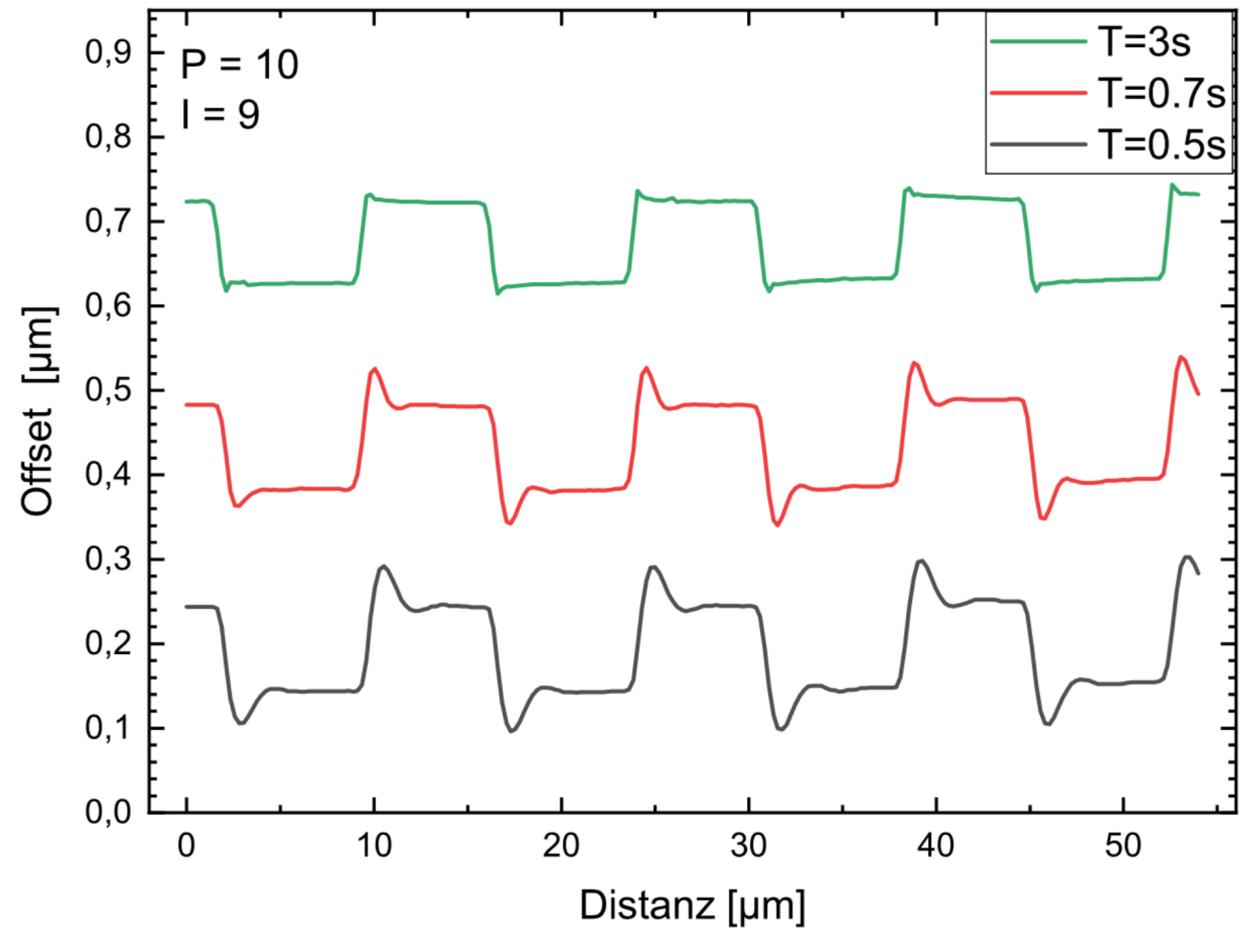
Zusammengesetzte Bilder



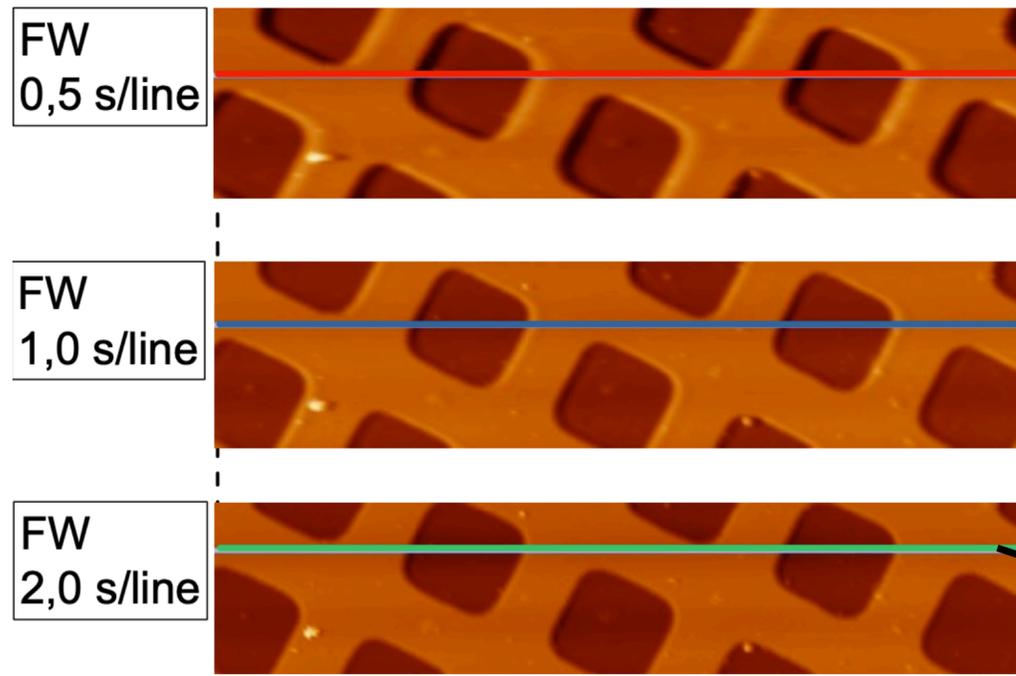
übersichtliche Beschriftungen



übersichtliche Gegenüberstellung

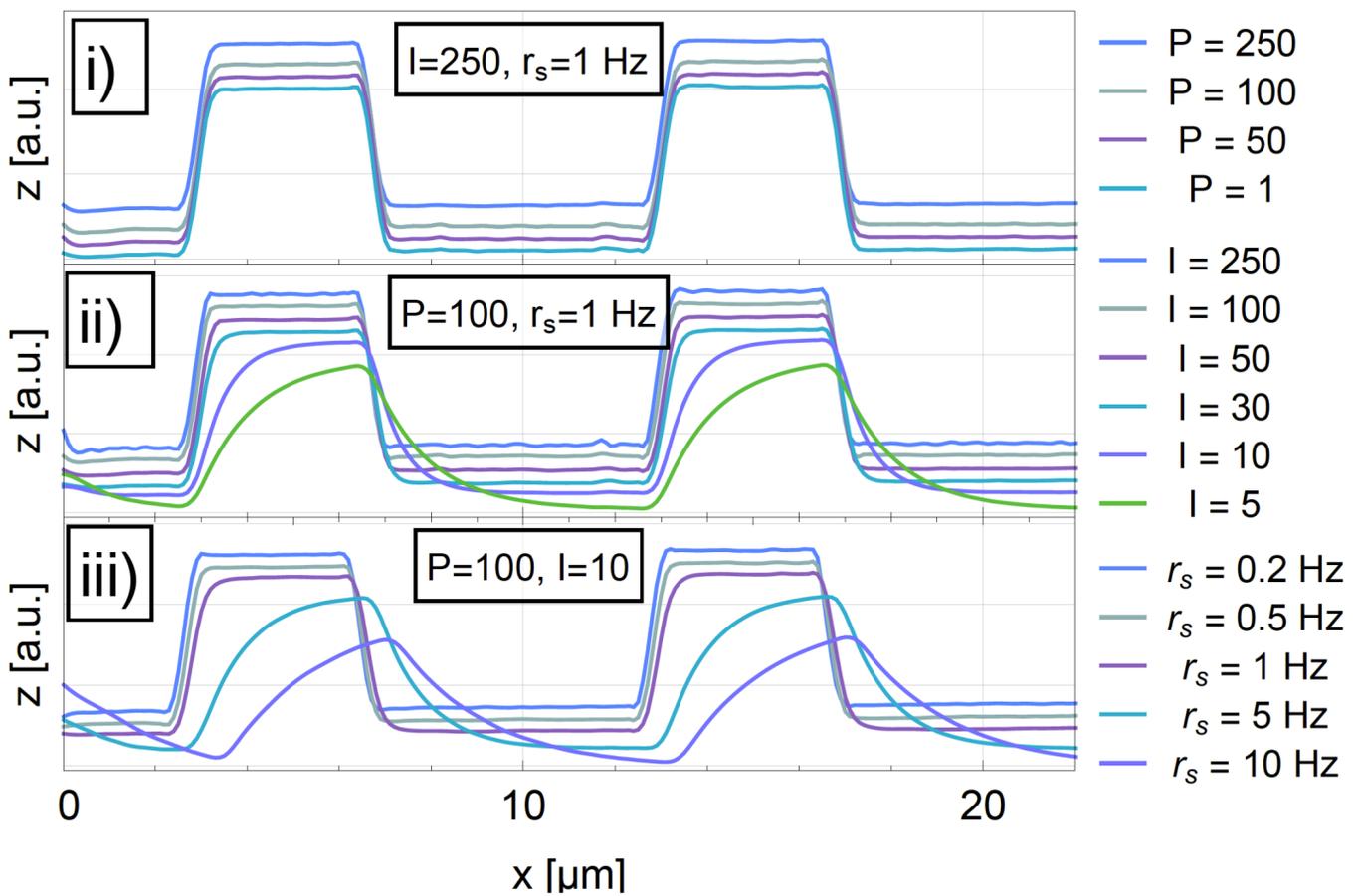


→ Nicht einfach Rohdaten abbilden, sondern diese aufarbeiten um sie leicht verständlich zu machen.

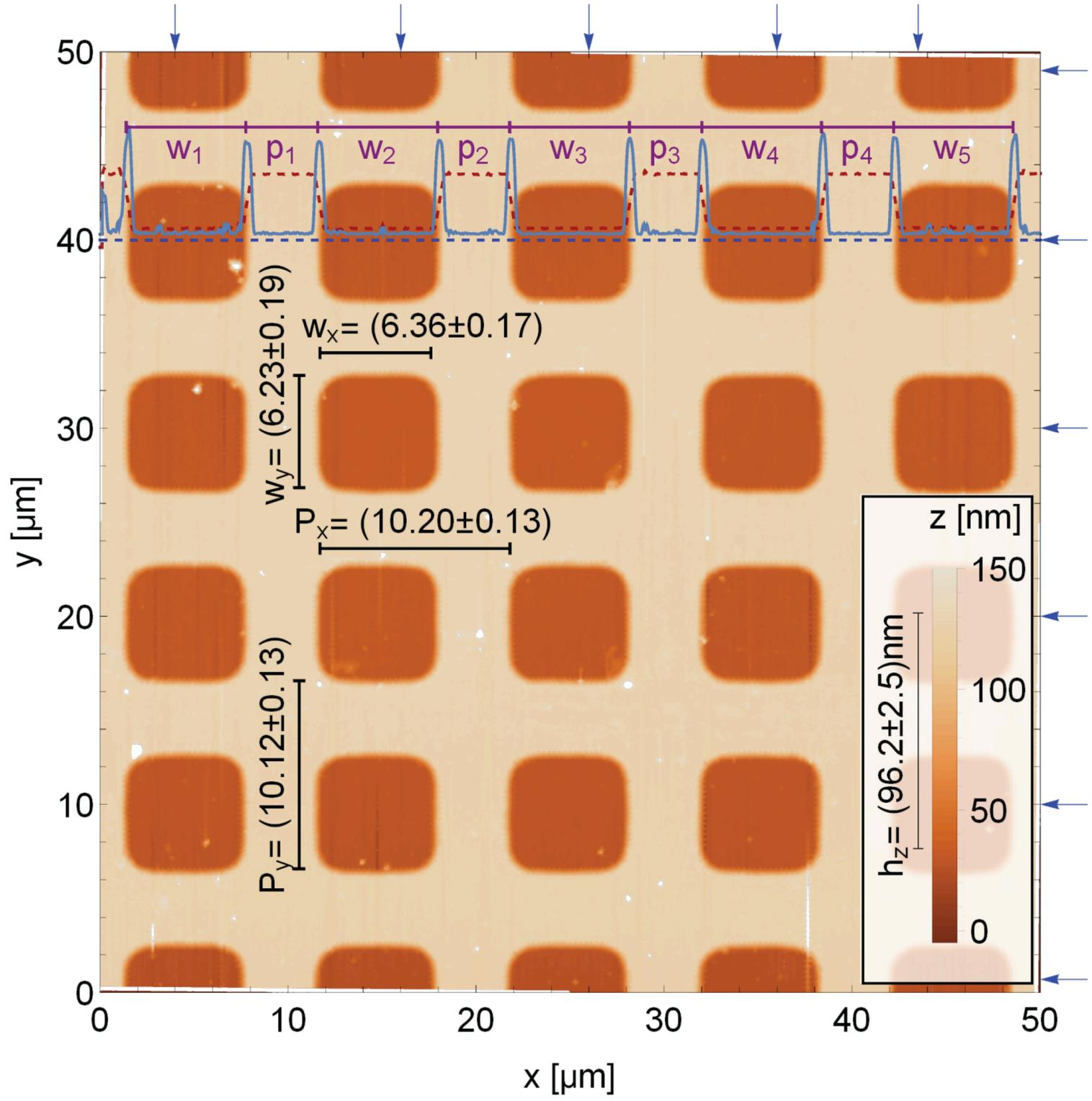


Bildausschnitte der gleichen Stelle auf der Probenoberfläche

Linien entlang der Scanrichtung des AFM

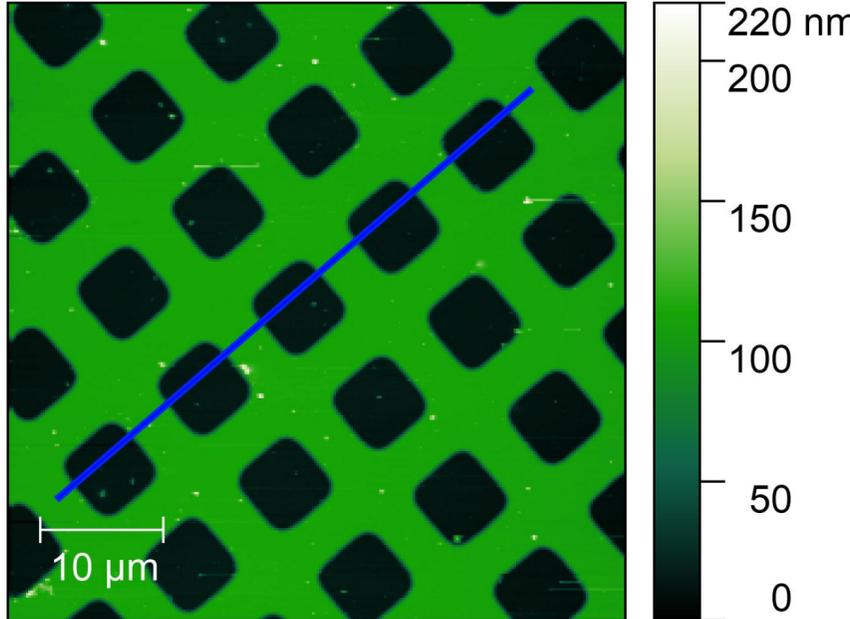


Vertikal versetzte Höhenlinien erleichtern die Unterscheidung.

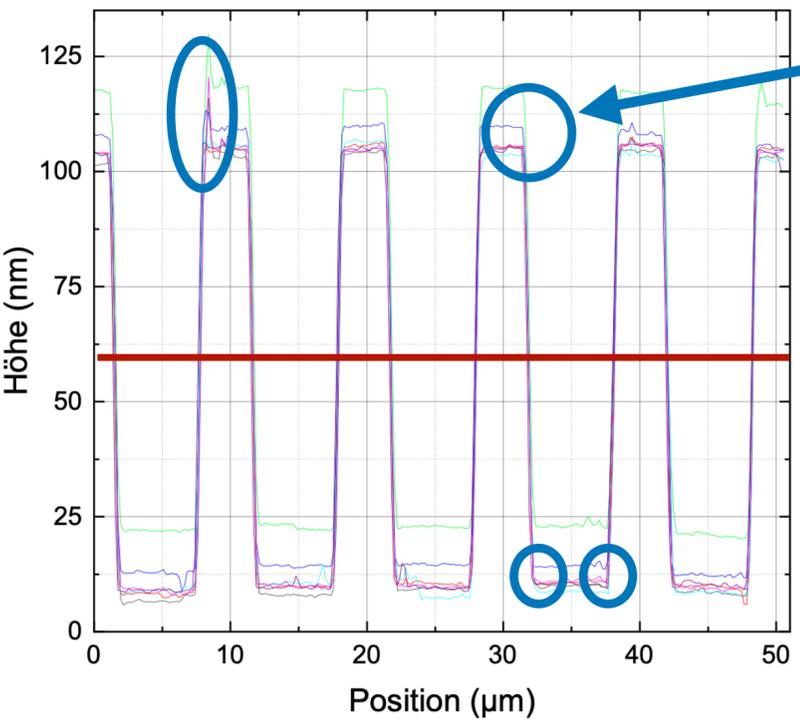


Es kann auch alle Information in ein Bild gepackt werden und dabei trotzdem übersichtlich bleiben.

Wie korrekt Werte ablesen?



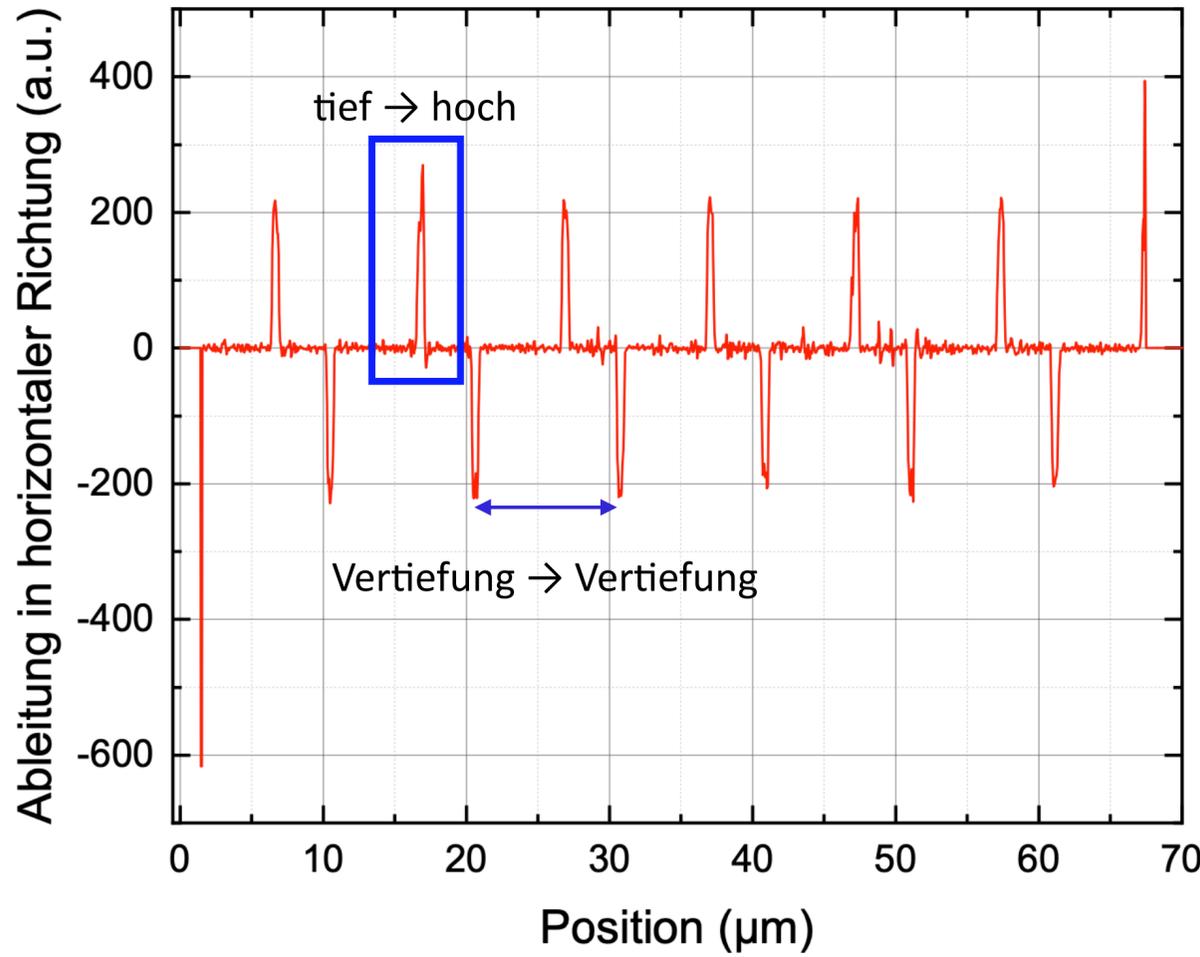
Fehlerrechnung!
→ Ablesevorschriften definieren, die statistische und Ablesefehler objektiv (!) definieren.



Ecken schwierig objektiv exakt ablesbar.

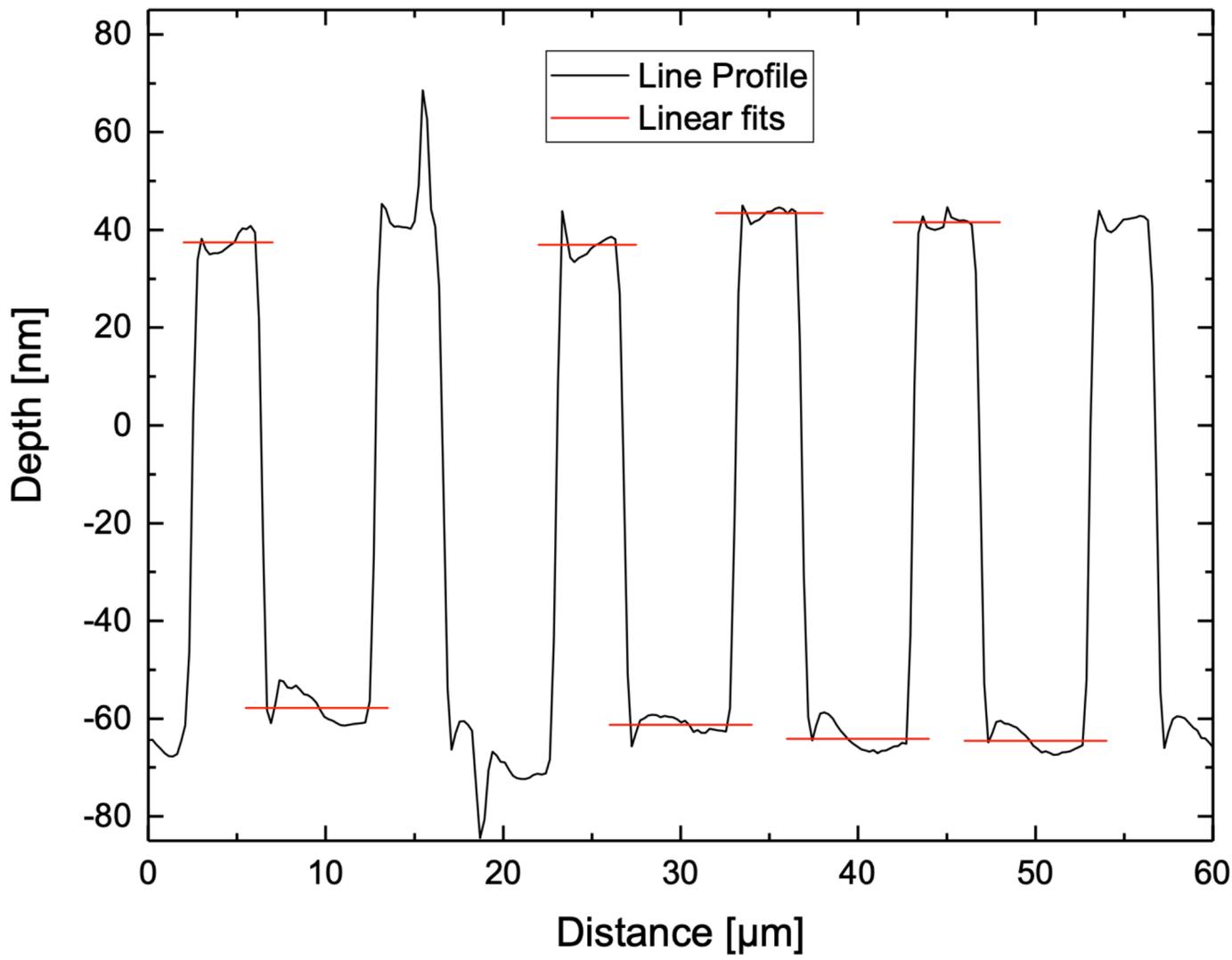
Schnittpunkt mit horizontaler Hilfslinie!
FWHM

1. Ableitung entlang der Linie



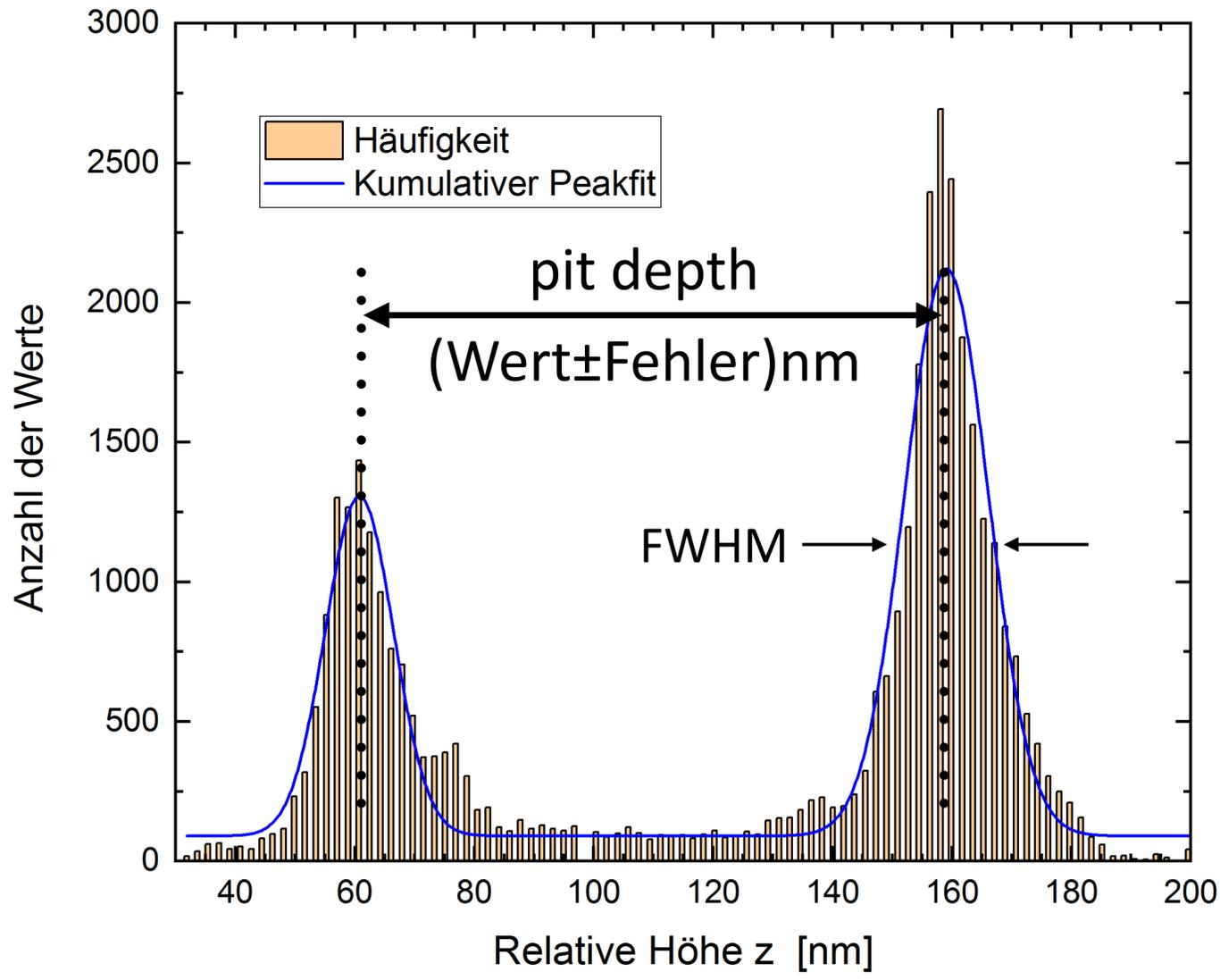
Wie korrekt Werte ablesen?
→ Hilfslinien, Fits

Einzel anfiten



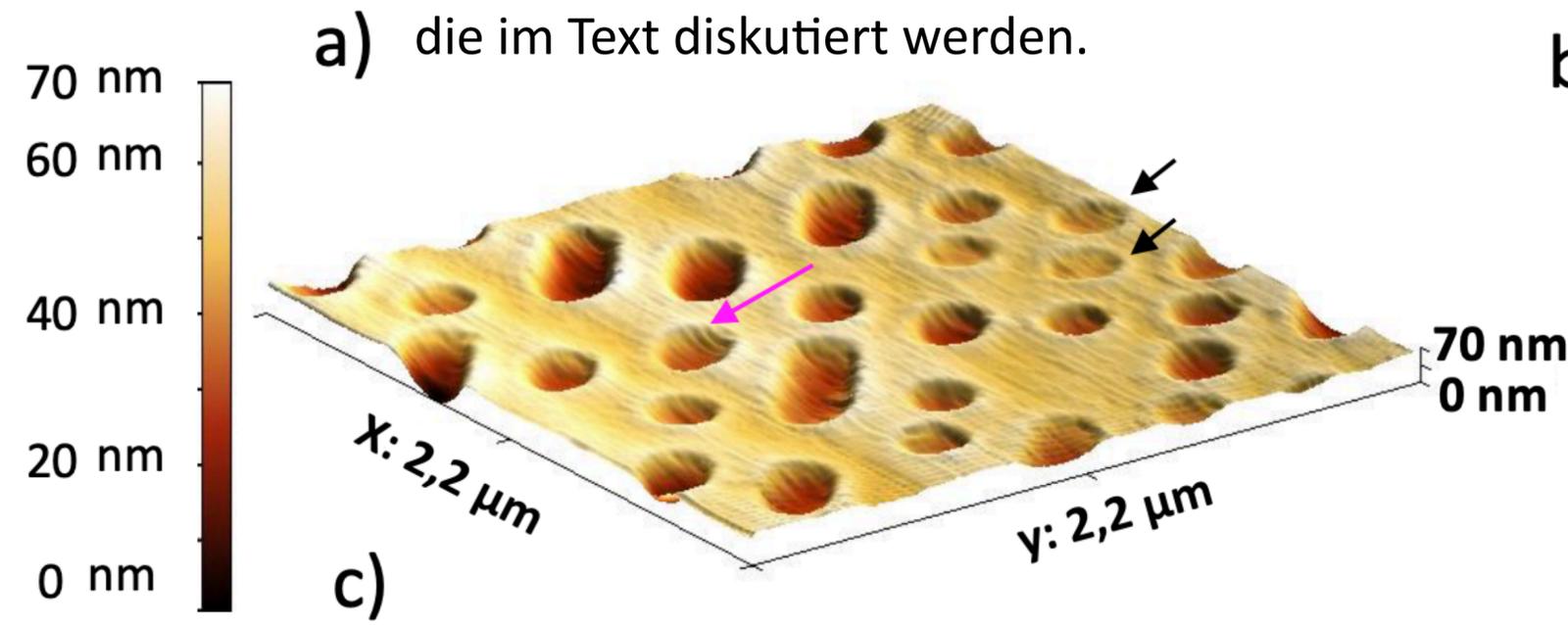
- aufwendig
- fehleranfällig
- nicht objektiv

Statistik der Höhe aller Bildpunkte

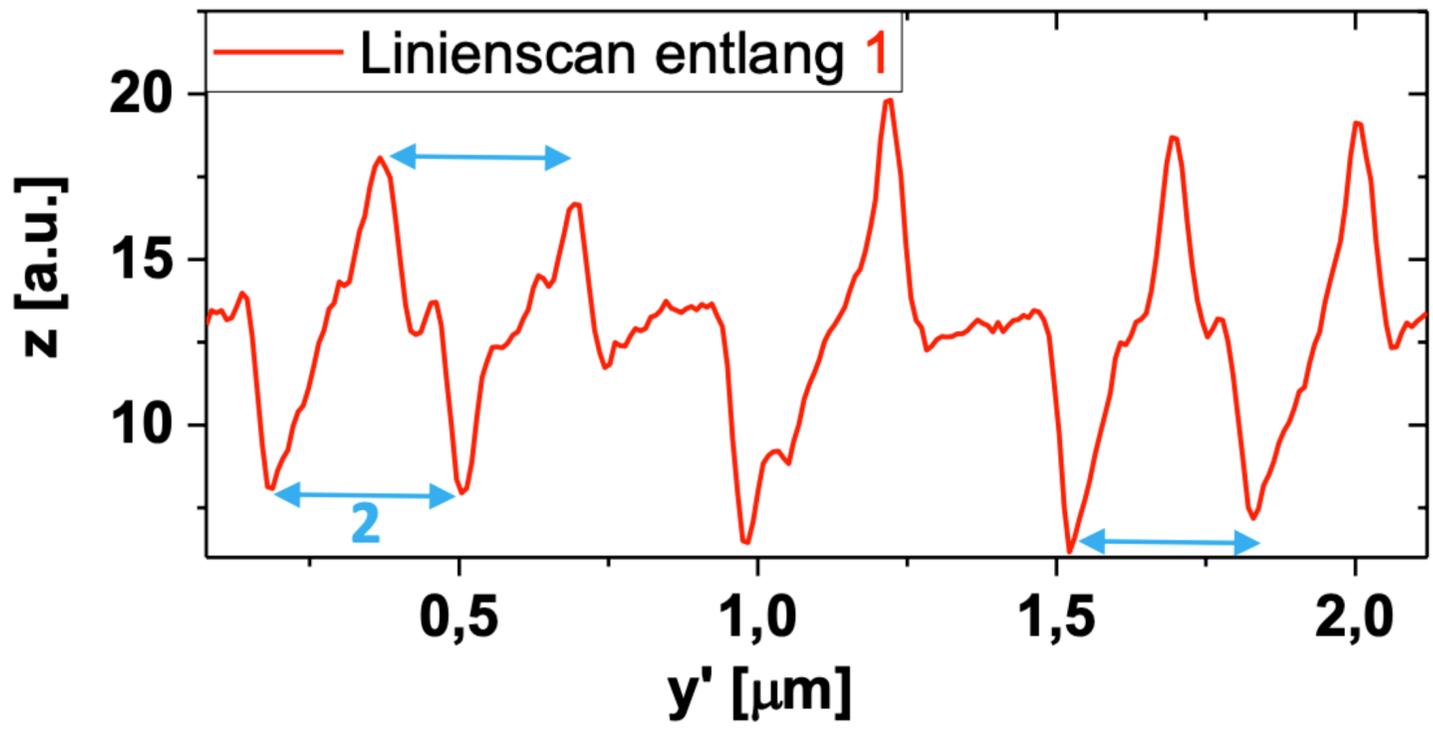
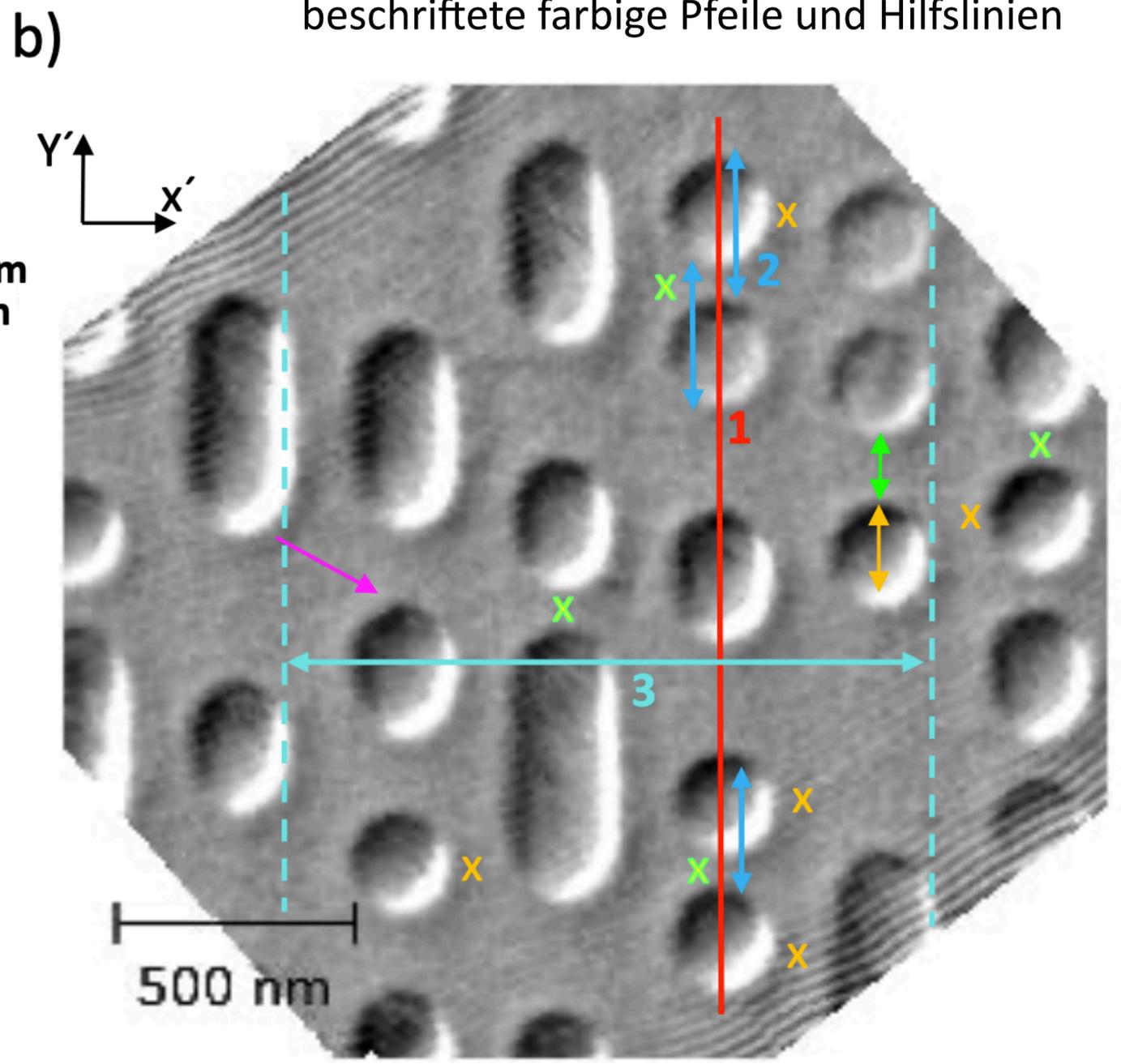


→ simpel und objektiv

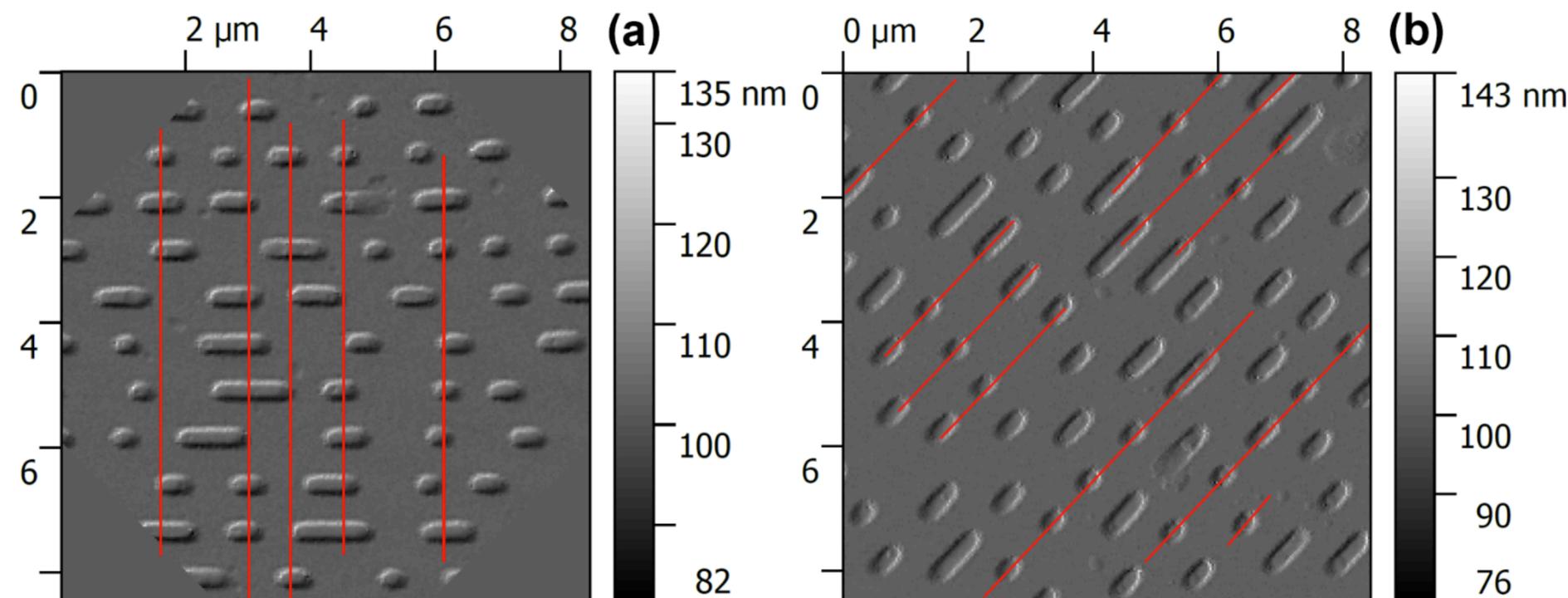
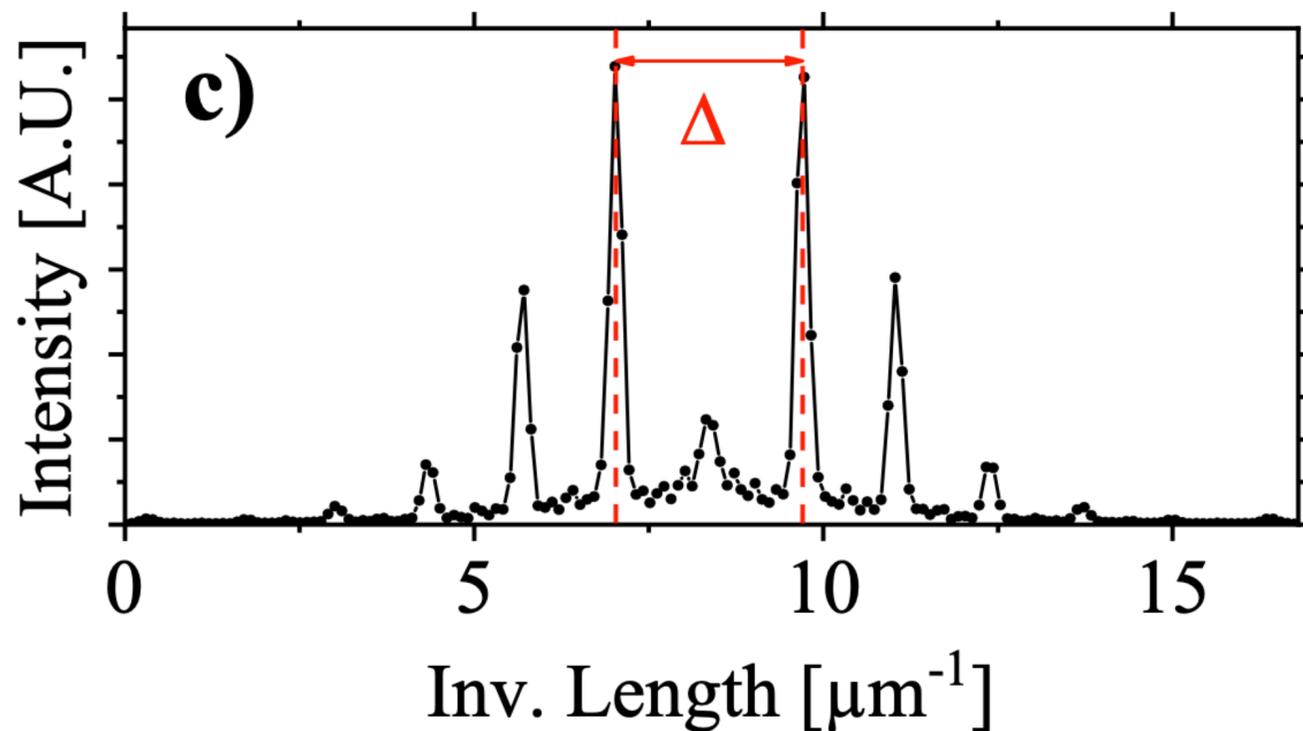
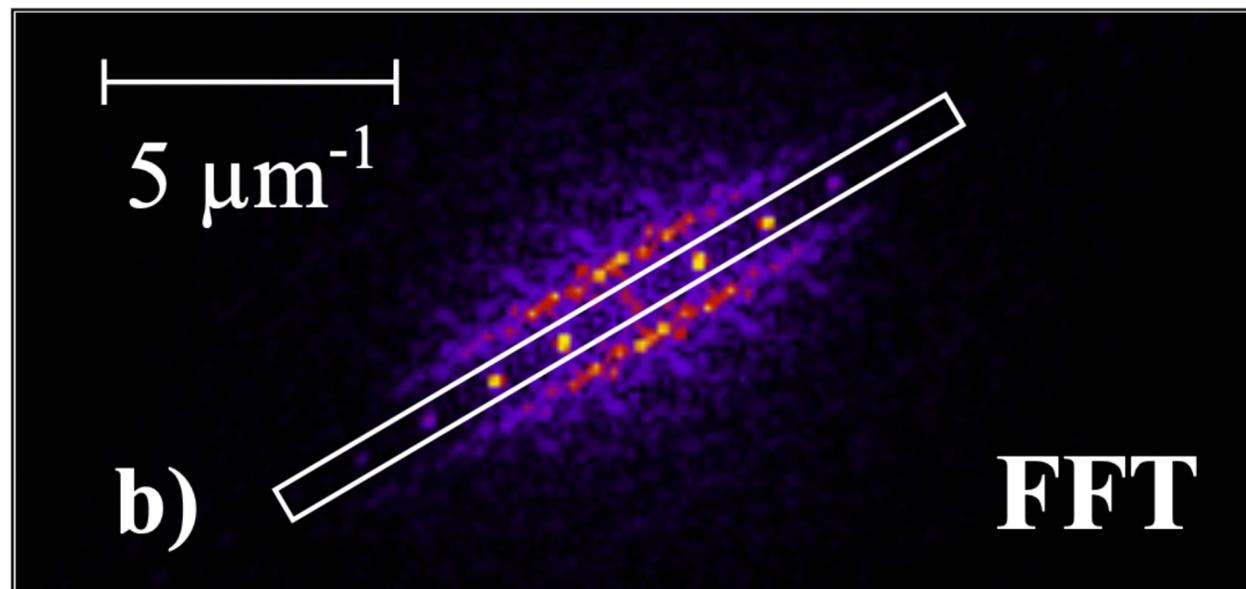
Rohdaten
Pfeile markieren interessante Features,
die im Text diskutiert werden.



Praktisch gedrehtes Bild.
1. Ableitung in X-Richtung
beschriftete farbige Pfeile und Hilfslinien



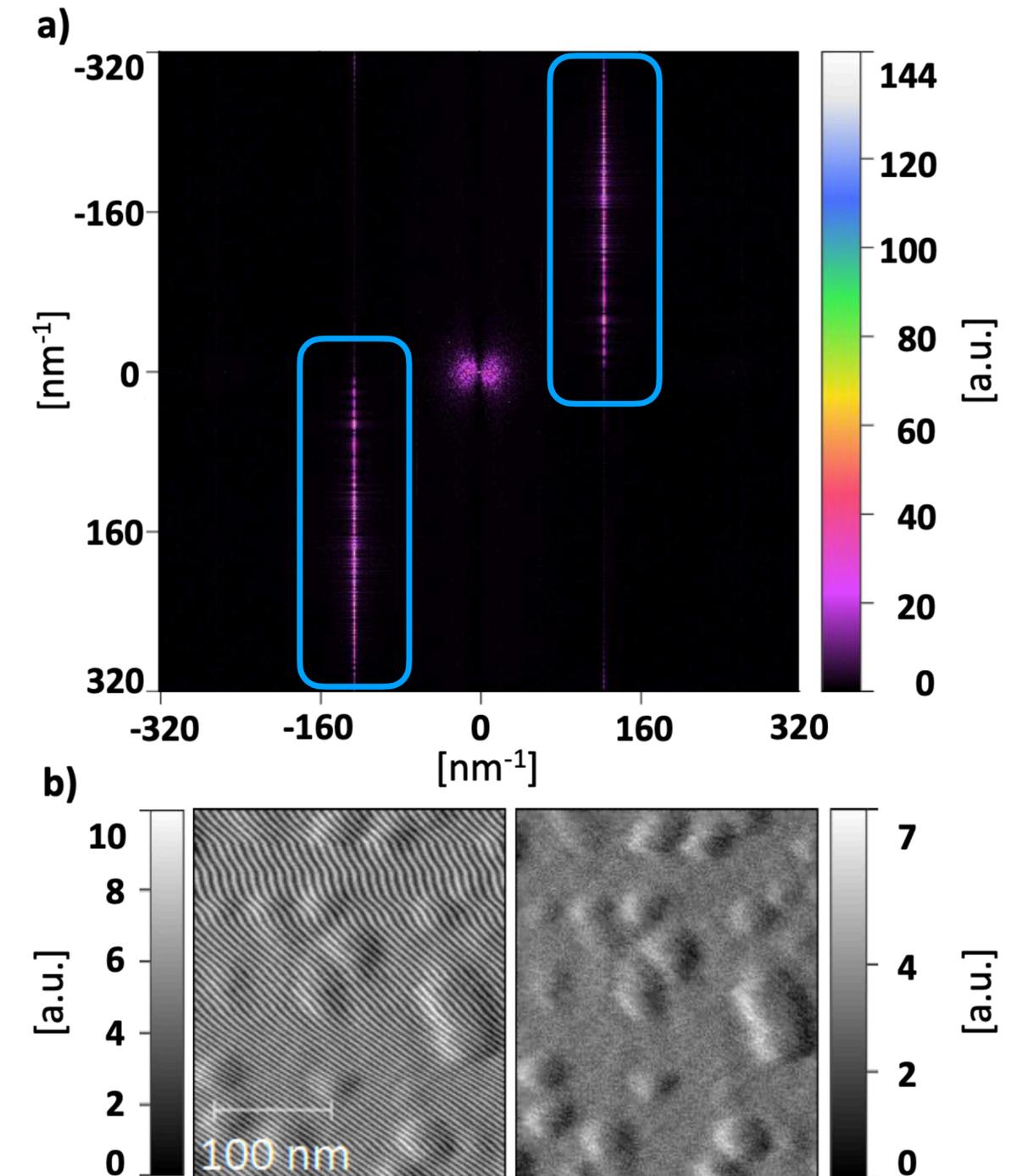
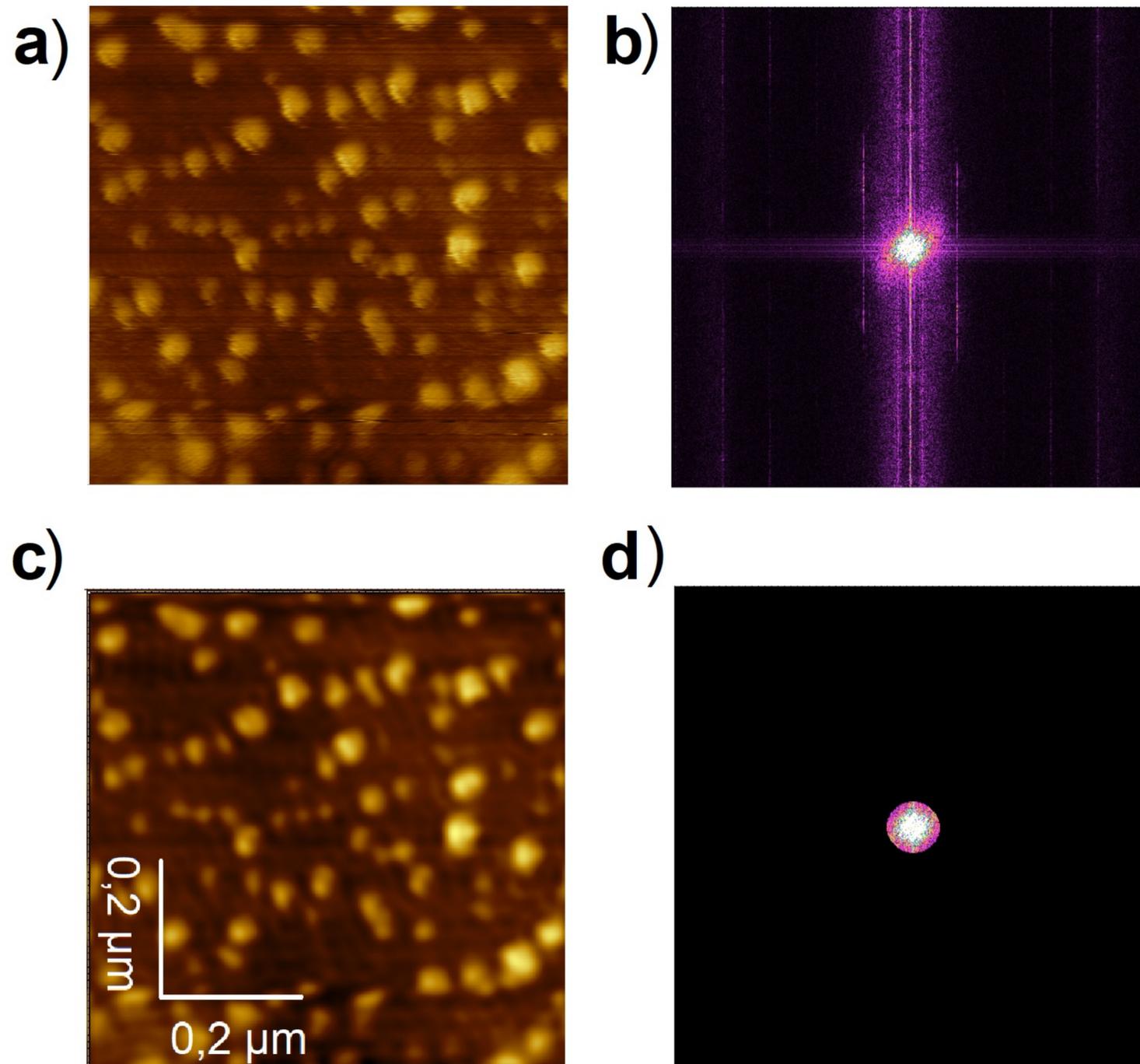
FFT einer DVD Oberfläche zeigt Track Spacing



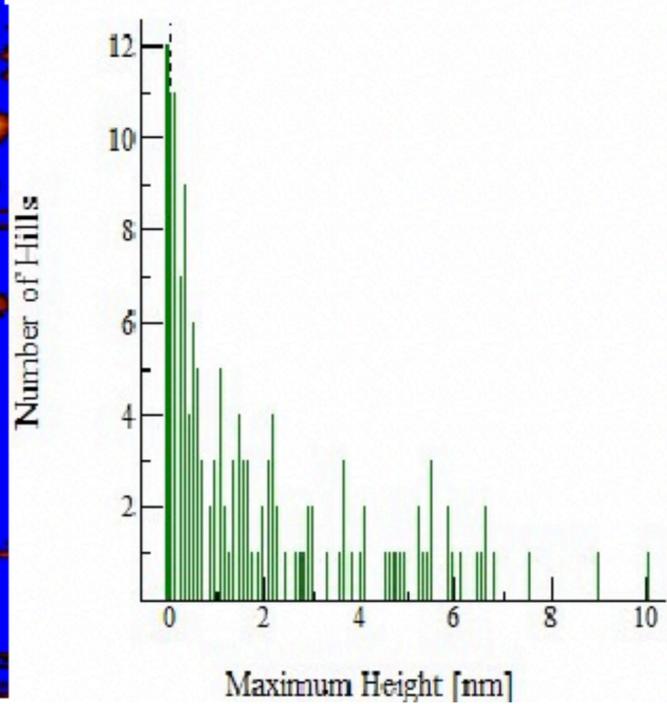
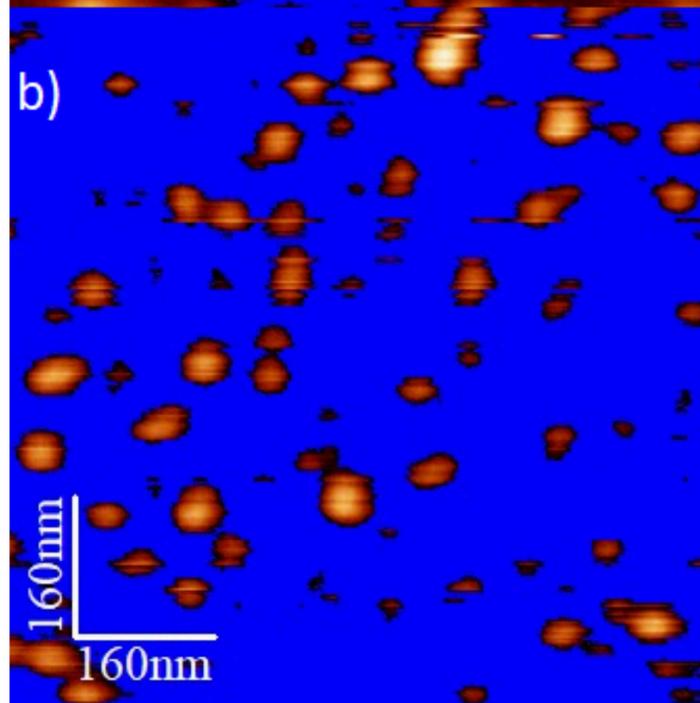
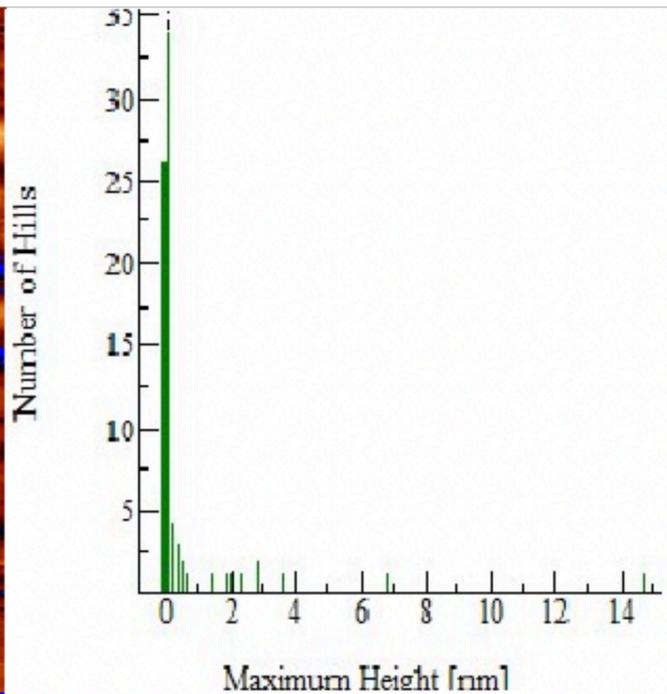
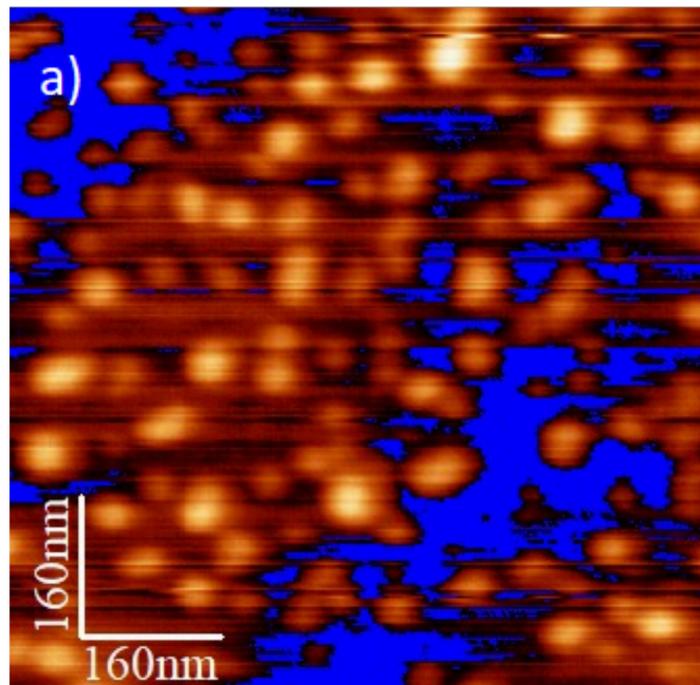
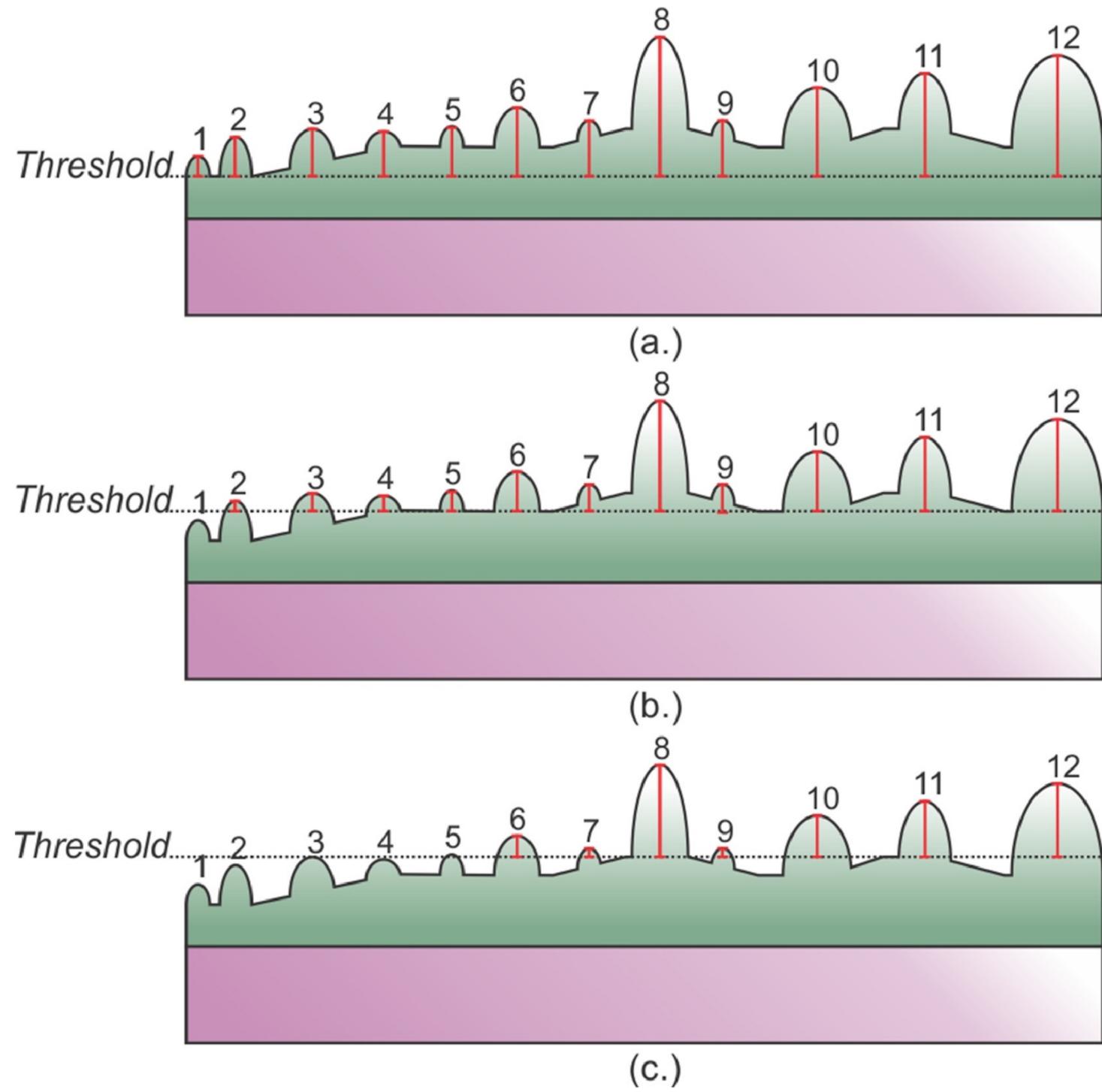
- Rauschen entfernt
- 1. Ableitung
- Sinnvoll gedreht
- Hilslinien für weitere Auswertung

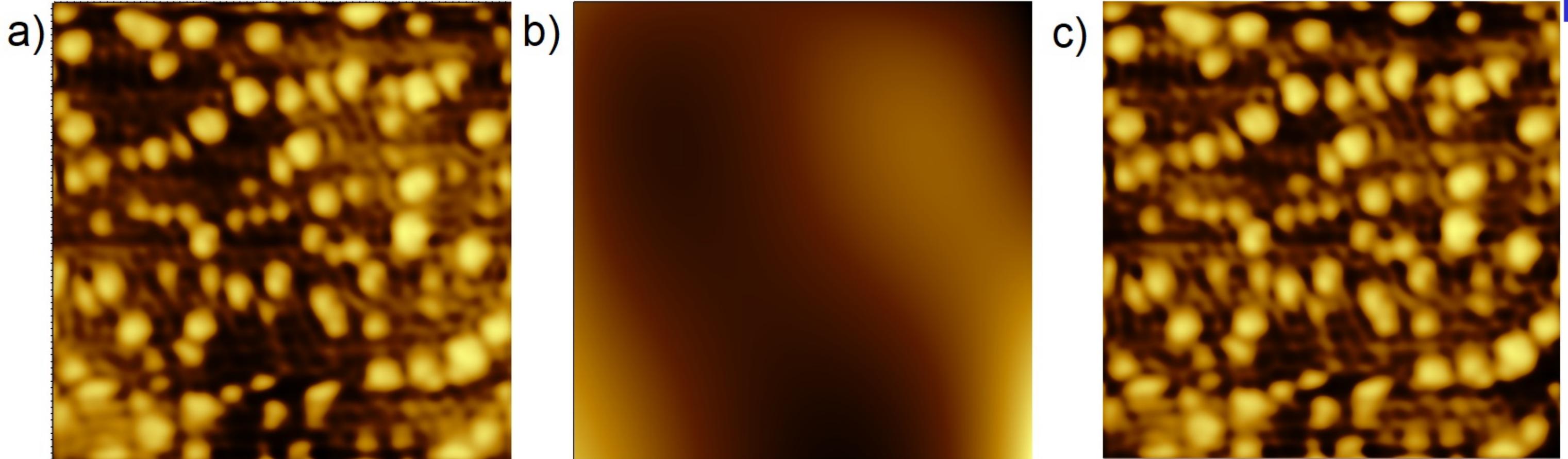
hochfrequentes Rauschen filtern

Eine Störfrequenz entfernen (**Netzbrummen**)



Auswertung: Probleme mit dem Untergrund





Veranschaulichung einer polynomiellen Untergrund-Subtraktion.

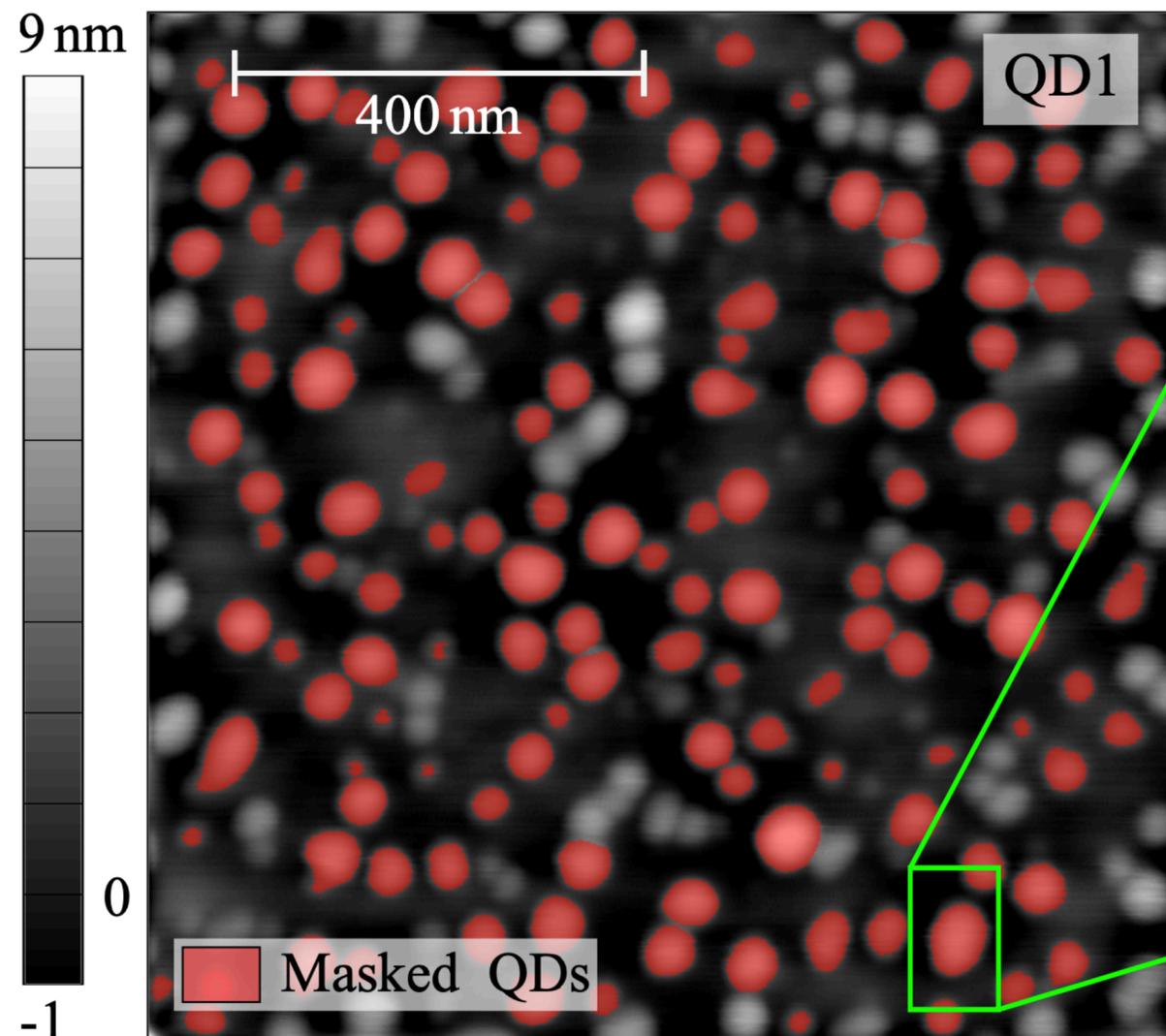
a) Darstellung der QDs

b) polynomieller Fit (3.Ordnung horizontal; 1. Ordnung vertikal) der Daten aus a),
→ Darstellung des Probenuntergrundes.

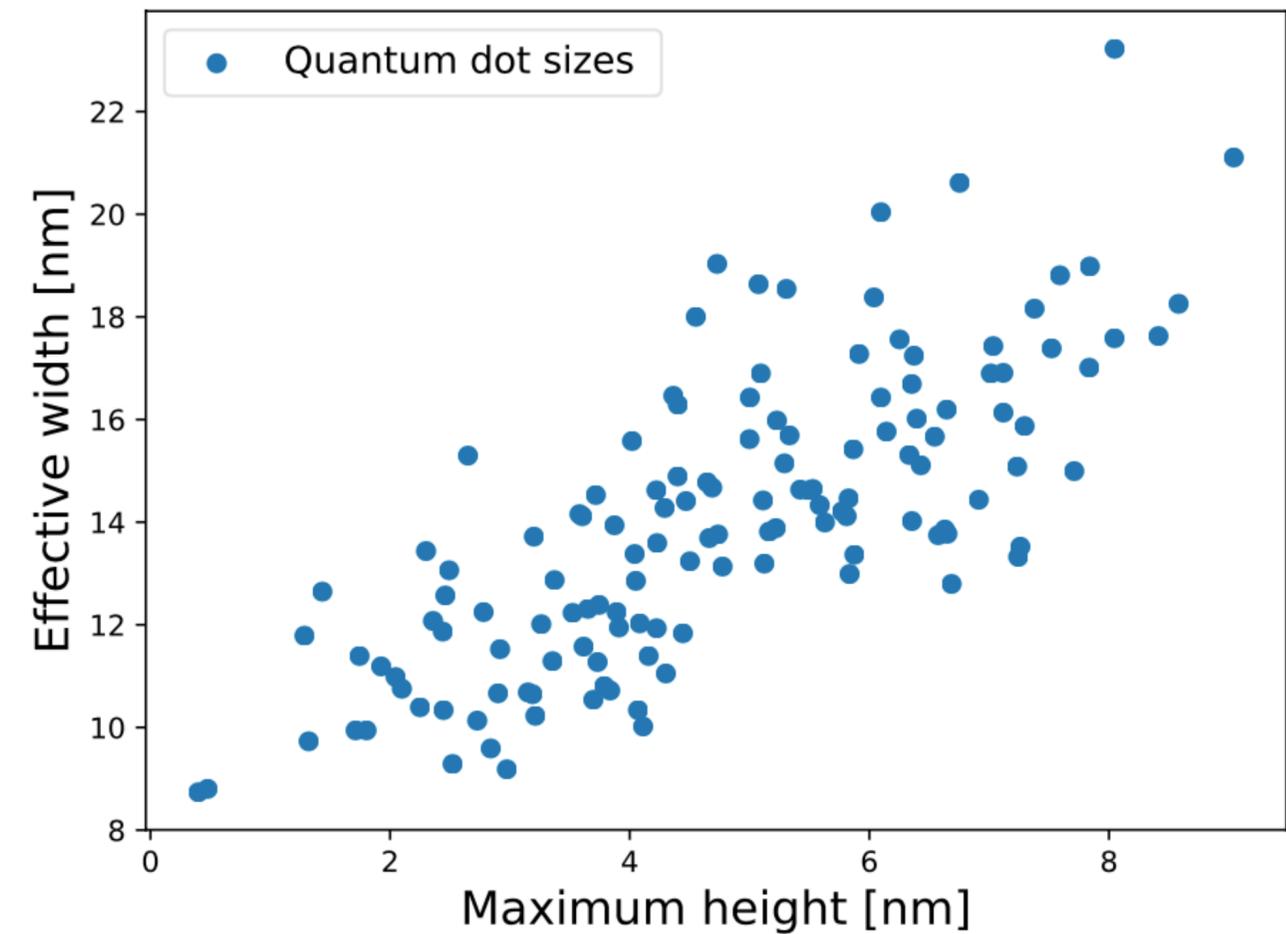
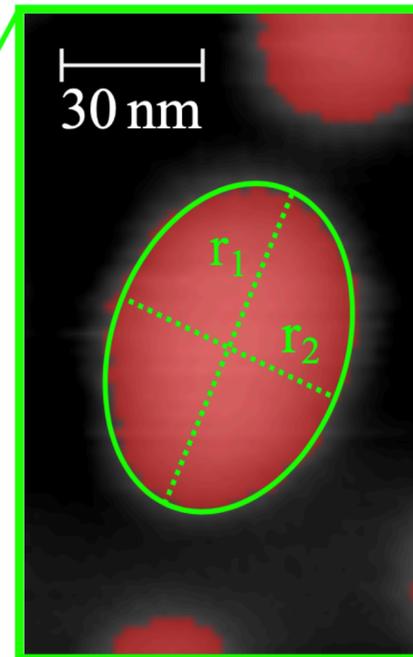
c) Darstellung der Daten aus a) nach Subtraktion des Untergrundes aus b)

d) → zusätzliche FFT Filterung würde noch Sinn machen ;-)

Automatisch markierte QP rot hinterlegt

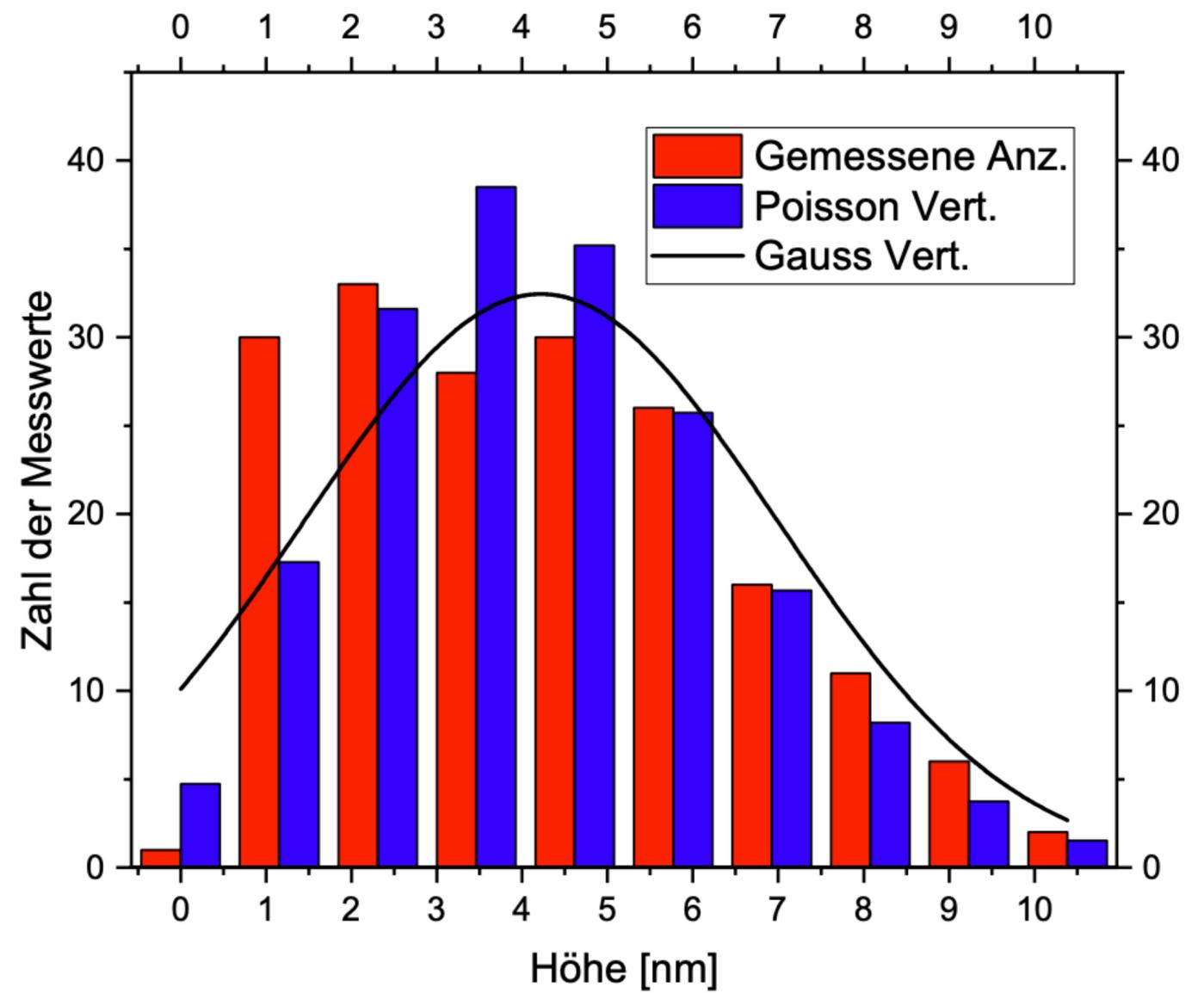
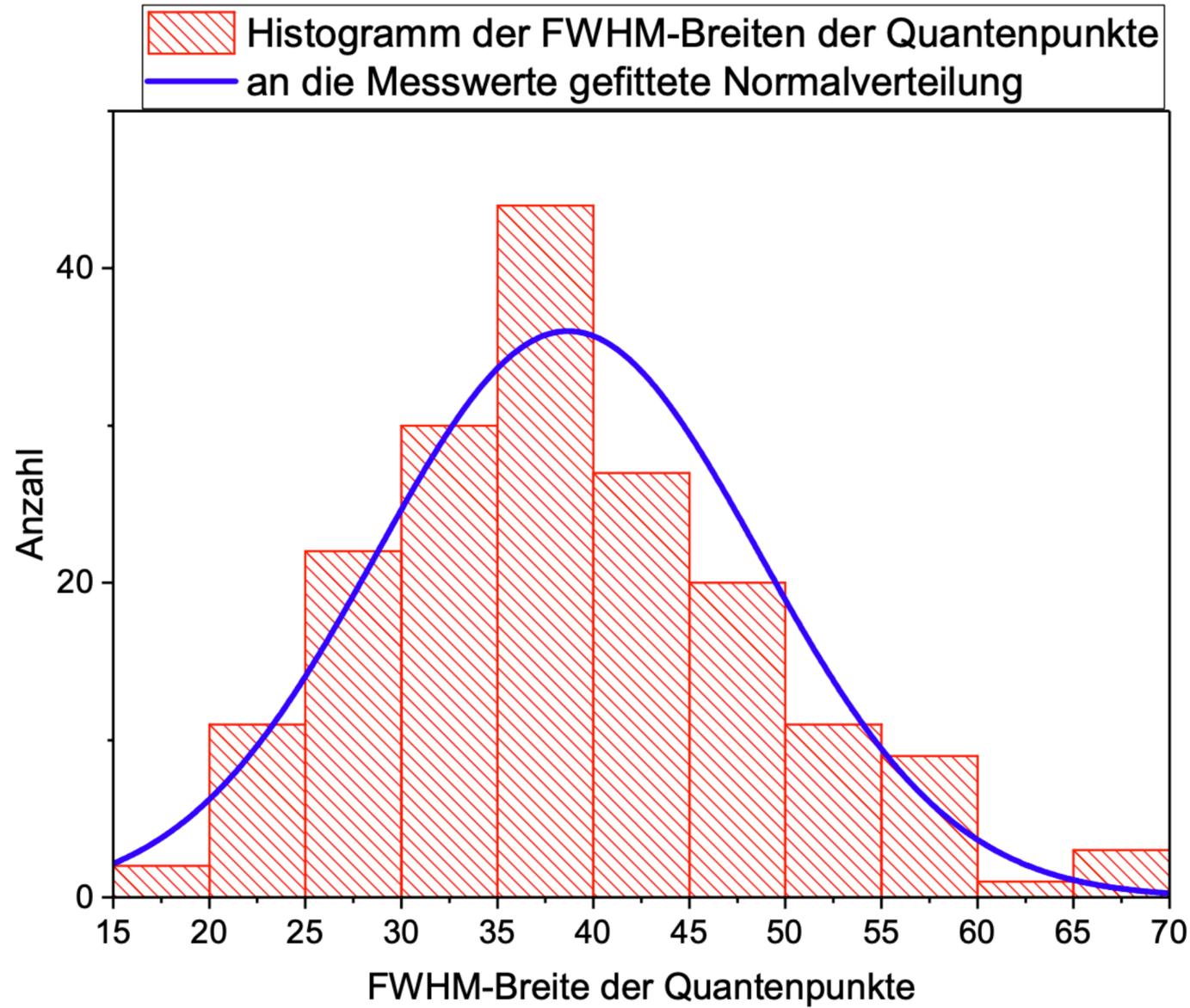


QP sind rundlich,
aber nicht kreisförmig



(c) Correlation of QD area and height

Mögliche statistische Auswertungen der QP Probe



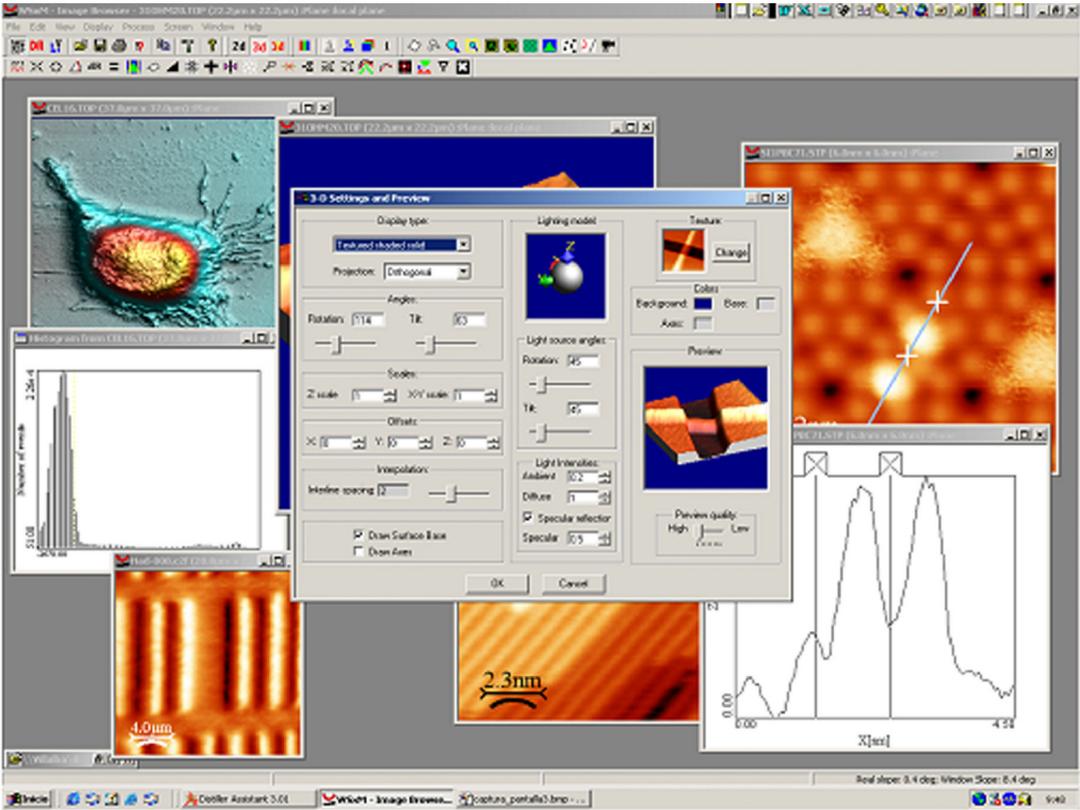
- Nicht einfach Rohdaten, sondern verarbeitete / bearbeitete Daten zeigen.
- Nicht alle aufgenommenen Bilder zeigen.
- Nachvollziehbare Auswertung / Bildbearbeitung in Text+Bild
- Gut lesbare Beschriftungen in Abbildungen (Achsen, Legenden, Hilfslinien,...)
- Hilfslinien einzeichnen, beschriften, erklären

WSxM

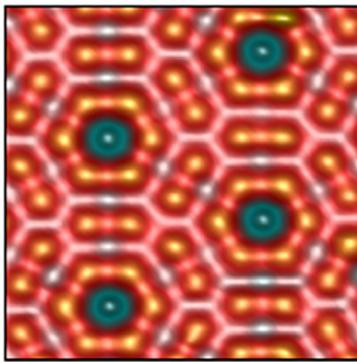
<http://wsxm.es> (win)

Gwyddion

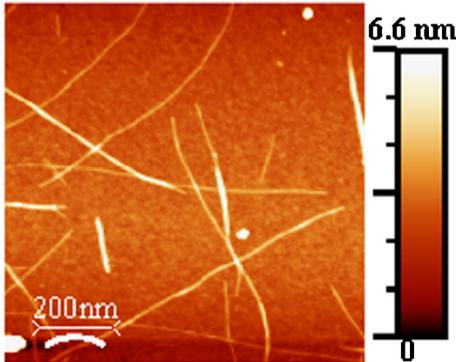
<http://gwyddion.net> (win/mac/linux)



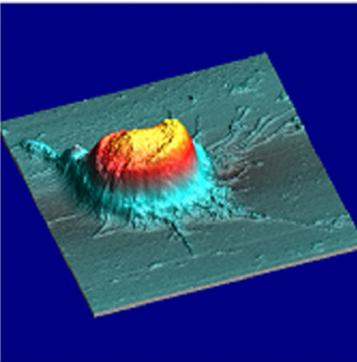
(a)



(b)



(c)



(d)

