

1.) Einführung

Die Entwicklung der Rastertunnelmikroskopie hatte die Oberflächenphysik einen wesentlichen Schritt weiter in der direkten Bestimmung von Oberflächenstrukturen gebracht. Das sich davon ableitende Rasterkraftmikroskop wurde erstmals im März 1986 von den Forschern Gerd Binnig, Christoph Gerber und Calvin F. Quate in ihrem Artikel „Atomic Force Microscope“ (AFM) vorgestellt. In den folgenden Jahren wurde eine Reihe weiterer dieser Tunnelmikroskopen ähnlichen Rastersondenmikroskope entwickelt. Dazu zählen beispielsweise das Magnetkraftmikroskop (MFM), das Lateralkraft-Raster-Mikroskop. Die unterschiedlichen Mikroskoptypen werden zur Charakterisierung der topographischen, elektronischen und magnetischen Oberflächenstrukturen eingesetzt. Dabei kann eine bis auf atomare Abstände reichende Auflösung erzielt werden. Darüber hinaus kann das Rasterkraftmikroskop als sehr präzises Instrument zur Messungen mechanischer Eigenschaften wie Elastizität und Härte verwendet werden (Nanoindenter).

2.) Aufbau und Funktionsprinzip des Rasterkraftmikroskops (AFM)

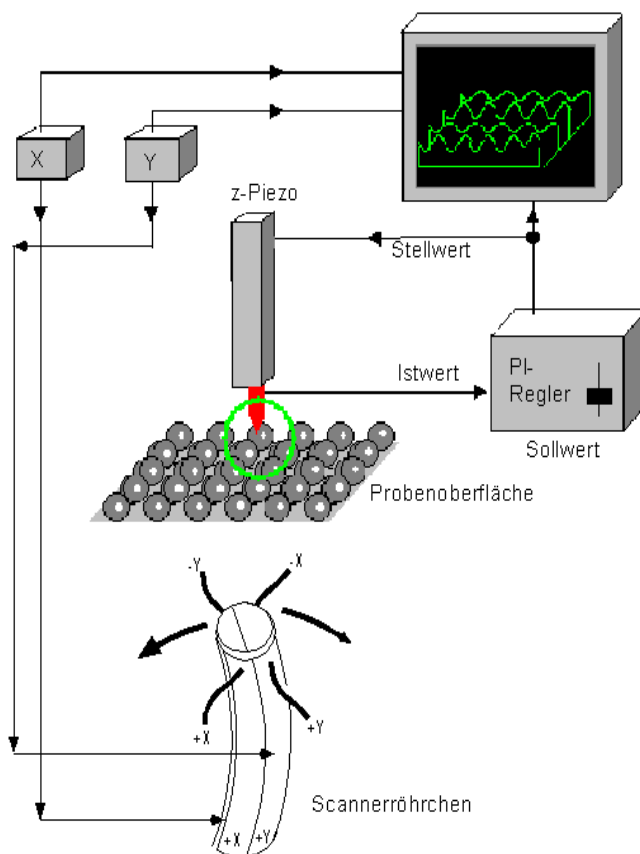


Abbildung 1: Schematischer Aufbau eines AFM

Die Rasterkraftmikroskopie ist ein Verfahren, mit dem bei beliebigem Material die Topographie mit bis zu atomarer Ortsauflösung abgebildet und vermessen werden kann. Eine feine, im Idealfall atomar scharfe Sondenspitze wird rasterförmig, von Piezoaktuatoren gesteuert, über die Probenoberfläche geführt. Die Spitze ist an einer als Hebelarm (Cantilever) dienen-

den weichen Feder montiert. Unter dem Einfluss der Probenmorphologie ändert sich die auf die Spitze wirkende Kraft. Indem ein Laserstrahl vom Federarm auf eine positionsempfindliche Photodiode reflektiert wird, lässt sich die Durchbiegung des Cantilevers und somit die wirkende Kraft registrieren. Wird auf konstante Kraft geregelt, folgt die Spitze der Oberflächenstruktur, und die Regelgrößen werden von einem Messrechner in ein dreidimensionales Höhenbild umgesetzt.

Das Rasterkraftmikroskop kann bei diversen physikalischen Bedingungen eingesetzt werden, bei niedriger oder hoher Temperatur, Ultrahochvakuum oder im Raumlufbetrieb, es kann auch unter Flüssigkeiten eingesetzt werden.

3.) Wechselwirkungen zwischen Spitze und Probenoberfläche

Die Kräfte, die bei der Wechselwirkung von Sondenspitze und Probenoberfläche wirken, lassen sich in lang- und kurzreichweitige Kräfte, wie in Abbildung 2 gezeigt, unterscheiden. Nähert man Spitze und Probe einander an, so müssen Wechselwirkungskräfte berücksichtigt werden. Dies sind im wesentlichen Coulomb- und van der Waals-Kräfte, die für einen Abstand r und die Ladungen q_1 und q_2 auf der Probe bzw. der Spitze, mit der Konstanten c_1 durch folgendes Potential beschrieben werden können

$$\phi(r) = \frac{q_1 q_2}{4\pi\epsilon_0 r} - \frac{c_1}{r^6}$$

wobei der erste Term für die Coulomb- und der zweite Term für die van der Waals-Wechselwirkung steht. Wenn sowohl die Spitze als auch die Probe elektrisch neutral sind ist der Coulomb-Term gleich Null und die Spitze erfährt eine anziehende Kraft, die von der Wechselwirkung der induzierten Dipolmomente herrührt.

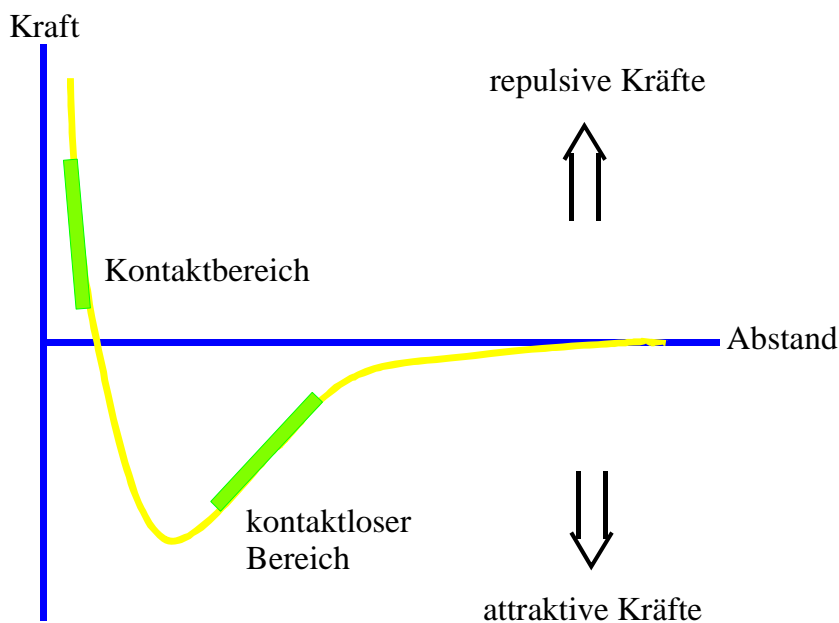


Abbildung 2: Abhängigkeit der Interatomaren Kräfte vom Abstand zwischen Spitze und Probe sowie die Arbeitsbereich der AFM-Modi

Bei weiterer Annäherung beginnen die Elektronenorbitale der Atome der Spitze sich mit denen der Probe zu überlappen, wodurch die Spitze auf Grund des Pauli-Prinzips eine stark abstoßende Kraft erfährt. Berücksichtigt man diese Kraft und die van der Waals-Wechselwirkung, so erhält man mit der Konstanten c_2 als Gesamtpotential das Lennard-Jones-Potential:

$$\phi(r) = -c_2 \cdot \left(\frac{1}{r^6} - \frac{1}{r^{12}} \right)$$

Bei Messungen in Luft ist die Probenoberfläche üblicherweise mit einem Wasserfilm bedeckt. Durch die daraus resultierenden Kapillarkräfte wird die gesamte anziehende Kraft größer. Durch Messungen im Vakuum oder unter Flüssigkeiten können solche Adhäsionskräfte vermieden werden.

4.) Betriebsmodi des AFM

Das Rasterkraftmikroskop kann in verschiedenen Betriebsmodi betrieben werden. Die Betriebsmodi können geordnet werden, je nachdem

- welche Wechselwirkung für die Messung verwendet wird:
 - Contact Mode
 - Non-Contact Mode
 - Intermittent Contact Mode
- welche Regelung vorhanden ist:
 - constant height Mode
 - constant force Mode

4.1 Contact Mode

Im statisch betriebenen Contact-Mode steht die Spitze mit der Oberfläche in mechanischem Kontakt und es werden die repulsiven Kräfte gemessen. Zusätzlich zu den van der Waals Kräften können andere Kräfte während einer Messung eine signifikante Rolle spielen. Die durch eine dünne Wasserschicht auf der Oberfläche entstehenden Kapillarkräfte unter Umgebungsbedingungen wirken ebenso auf den Cantilever wie elektrostatische Aufladung auf isolierenden Oberflächen.

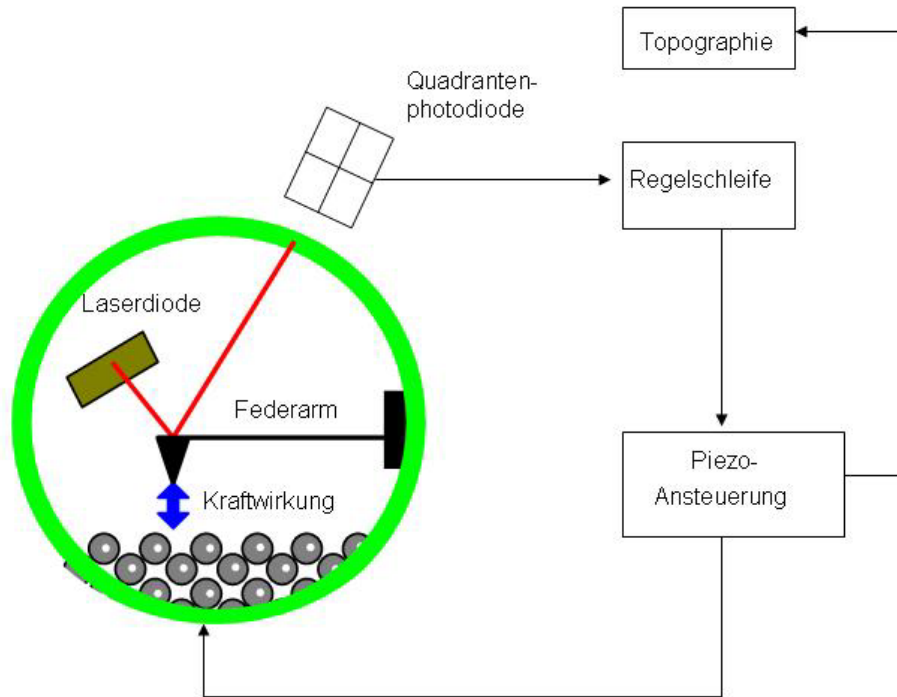


Abbildung 3: Schematische Darstellung des Messprinzips im Contact-Mode

Durch Abrastern der Probe in x- und y-Richtung wird die Spitze systematisch über ein Feld geführt. Ein an der Rückseite des Cantilevers reflektierter Laserstrahl, dessen Reflex mittels einer doppelt segmentierten Photodiode detektiert wird, liefert Daten über sowohl die Verbiegung als auch die Verdrillung des Cantilevers. Die Verbiegung des Cantilevers steht in einem linearen Zusammenhang mit der auf ihn wirkenden Normalkraft mit der Federkonstante des Cantilevers als Proportionalitätsfaktor. Dieser Wert wird in einen feedback loop eingespeist und dort mit einem Sollwert verglichen. Eine durch Verbiegung erzeugte Abweichung liefert das Signal zur Steuerung des z-Piezoes, zur Wiederherstellung der Soll-Verbiegung bzw. der Soll-Kraft. Das Regelsignal des z-Piezoes wird während einer Messung verknüpft mit der x,y-Position aufgezeichnet und zum Aufbau eines Topographiebildes genutzt.

Im Contact-Mode kann das Rasterkraftmikroskop auf zwei unterschiedliche Art und Weisen Abbildungen erzeugen: auf konstante Höhe oder auf konstante Kraft geregelt. Im Betrieb konstanter Höhe wird die räumliche Auslenkung des Cantilevers direkt zur Erstellung der topographischen Information einer Oberfläche verwendet. Diese Arbeitsweise ausschließlich beschränkt auf die atomar aufgelöste Abbildung sehr flacher Oberflächen. Im Falle rauer Oberflächen kommt es sehr schnell zur Zerstörung des verwendeten Cantilevers. Die Scangeschwindigkeit wird hauptsächlich durch die Resonanzfrequenz des Cantilevers limitiert. Wird die konstante Kraft Arbeitsweise verwendet, ist die Auslenkung des Cantilevers das Eingangssignal für einen feedback-loop. Dieser regelt den Scanner in Richtung der z-Achse entsprechend den topographischen Änderungen hoch und runter, indem die Auslenkung des Cantilevers und damit die Kraft Wechselwirkung konstant gehalten wird. Typische Kräfte dieser Arbeitsweise liegen im Bereich von 10pN bis zu 10 nN. Die Topographie wird indirekt aufgenommen, indem die zur Auslenkung oder Kontraktion des Scanners notwendige Spannung in das Topographiesignal konvertiert wird. Die Scangeschwindigkeit ist in diesem Fall durch die Antwort des feedback-loop definiert.

4.2 Non-Contact Mode

Im dynamisch betriebenen Non-Contact-Mode wird der Cantilever zu Schwingungen ange-regt. Die Frequenz der Anregung wird etwas oberhalb der Resonanzfrequenz des Cantilevers gewählt. Die Spitze wird berührungsfrei über die Oberfläche geführt. Der Cantilever wird langsam über die Oberfläche gescannt, so dass jeder Pixel im Bild einem Durchschnitt von mehreren hundert Oszillationen entspricht.

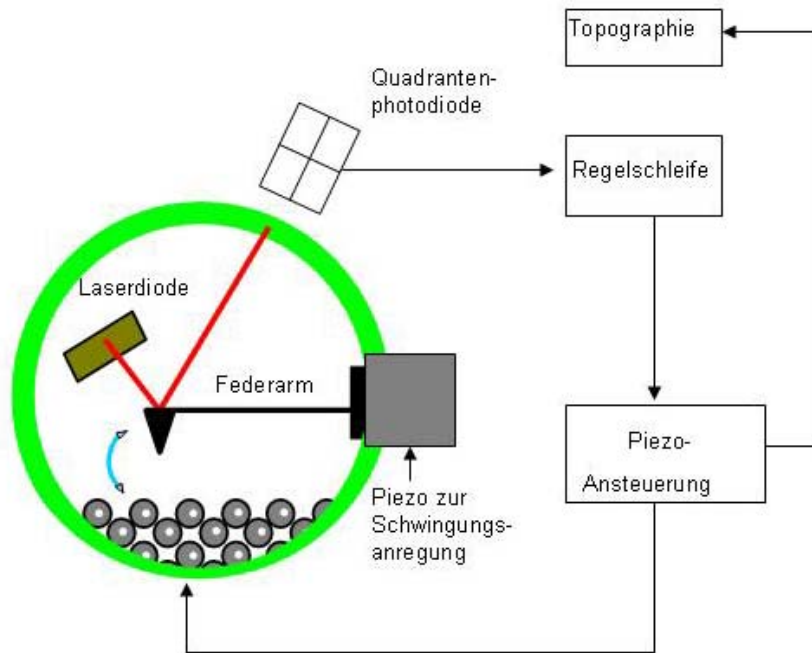


Abbildung 4: Schematische Darstellung des Messprinzips im Non-Contact-Mode

Bei Annäherung an die Oberfläche kommt es wegen der langreichweitigen Wechselwirkungen zu einer abstandsabhängigen Dämpfung der Oszillation, was zu einer Erniedrigung der Resonanzfrequenz führt. Änderungen in der Oszillationsamplitude, der Phase und der Frequenz werden detektiert und dazu verwendet, den Abstand zwischen Spitze und Probe zu kontrollieren. Die Abstandsregelung erfolgt über die Frequenzverschiebung zwischen der Eigenfrequenz und der momentanen Resonanzfrequenz, die mittels eines auf der Rückseite des Cantilevers reflektierten Laserstrahls in einer Fotodiode detektiert wird. Dabei wird die Frequenzverschiebung auf einen zuvor eingestellten Wert geregelt und so der Kraftgradient konstant gehalten. Die wirkenden Kräfte sind viel niedriger als im Contact-Mode und liegen in einer Größenordnung von 10 pN. Die eingesetzten Cantilever müssen im Vergleich zu den im Contact-Mode eingesetzten deutlich steifer sein, um ein Einschnappen der Spitze in den Kontakt mit der Oberfläche zu vermeiden. Bei den quasi kontaktfreien Methoden werden beim Abrastern keine Lateralkräfte wirksam. Damit gelingt es, auch sehr weiche Oberflächen zerstörungsfrei abzubilden. Allerdings ist das System sehr instabil, so dass hohe Anforderungen an die Regelelektronik gestellt sind und eine verglichen mit dem Contact Mode nur noch kleinere Messgeschwindigkeit möglich ist. Zudem ist die Auflösung in diesem Modus niedriger, da längerreichweitige Wechselwirkungen zum Tragen kommen.

4.3 Intermittend Contact Mode

Eine Abwandlung des Non-Contact-Mode, in dem der Cantilever oszilliert, ist der „Intermittend Contact- Mode“ (IC-AFM). Im Unterschied zum Non-Contact-Mode wird die Anregungsfrequenz leicht unterhalb der Resonanzfrequenz des Cantilevers gewählt. Wird der Cantilever an die Probenoberfläche angenähert, kommt es wieder zu einer abstandsabhängigen Dämpfung, jedoch kann auf Grund der niedrigeren Frequenz mehr Energie in den Cantilever übertragen werden. Durch die vergleichsweise größere Amplitude als im Fall des Non-Contact-Mode setzt die Spitze in periodischen Abständen auf der Probenoberfläche auf. Der IC-AFM Mode vereinigt die Vorteile der zuvor beschriebenen Modi Contact und Non-Contact. Im Gegensatz zum herkömmlichen Contact-Mode wird vermieden, dass die Probe durch hohe laterale Kräfte verformt oder zerstört wird. Auch wird das Problem reduziert, dass Probenmaterial an der Spitze hängen bleiben kann oder über die Probe geschoben wird. Im Vergleich zum Non-Contact-Mode sind höhere Messgeschwindigkeiten bei guter Auflösung möglich.

5.) Andere Messgrößen

Über die Untersuchung der reinen Oberflächentopographie hinaus können mit dem Rasterkraftmikroskop auch physikalische Eigenschaften der Proben untersucht werden. Allen abgewandelten Mikroskoptypen liegt aber einer der zuvor aufgeführten Messmodi zu Grunde.

5.1) Lateral Force Microscopy (LFM)

Die Messungen erfolgen grundsätzlich im Contact Mode, der auf konstante Kraft geregelt wird.

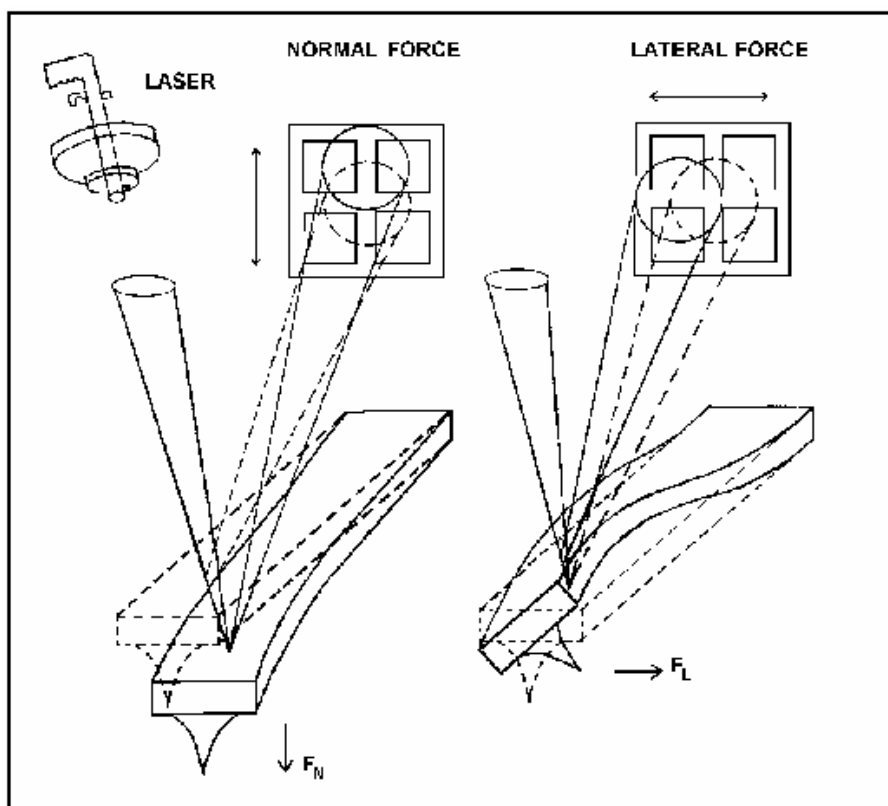


Abbildung 5: Lateral Force Microscopy

Neben der vertikalen Auslenkung des Cantilevers kann es auch zu einer Verdrillung oder Torsion des Cantilevers kommen (Abbildung 5), die durch parallel zur Oberfläche wirkende Kräfte hervorgerufen wird. Es kann zwei Quellen für die laterale Auslenkung geben: Änderungen in der Reibung der Oberfläche oder Änderungen in der lokalen Steigung (Abbildung 6).

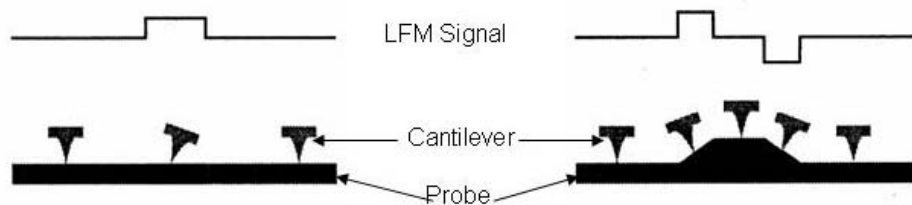


Abbildung 6: Laterale Auslenkung des Cantilevers durch a) lokale Reibungsunterschied und b) durch Änderung der Steigung

Im ersten Fall verdrillt sich der Cantilever, wenn er auf eine Fläche mit einem anderen Reibungskoeffizienten trifft. Im zweiten Fall kann ein steiler Anstieg zu einer Verdrillung des Cantilevers unter dem Einfluss der Tangentialkraft führen. Die Lateral Force Microscopy misst mit einer hohen Ortsauflösung gleichzeitig Topographie und Reibungsbilder von Oberflächen.

5.2) Magnetic Force Microscopy (MFM)

Eine Variante der Rasterkraftmikroskopie beschäftigt sich mit der Untersuchung magnetischer Oberflächen. Die hierfür erforderlichen Spitzen tragen eine hartmagnetische Beschichtung und messen den Gradienten des magnetischen Streufeldes dicht oberhalb der Probenoberfläche. Ein mit magnetischen Spitze aufgenommenes Bild enthält beide Informationen, die der Oberfläche und die der magnetischen Bereiche. Welcher Effekt der dominierende ist, hängt vom Abstand zwischen Spitze und Oberfläche ab, da die magnetischen Kräfte langreichweitiger sind als die van der Waals-Kräfte. Die Messung erfolgt im dynamischen Non-Contact-Mode und muss für jeden Bildpunkt mehrmals durchlaufen werden: Im ersten Durchlauf wird die Topographie der zu untersuchenden Probe vermessen. Im nächsten Durchlauf wird die Spitze in einem zuvor eingestellten konstanten und größeren Abstand zur Oberfläche über den gleichen Bereich gefahren. Mit wachsendem Abstand von Spitze und Oberfläche verschwindet der topographische Einfluss auf die Spitze und die magnetischen Effekte werden sichtbar. Über das Sammeln von einer Serie von Bildern mit verschiedenen Spitzenabständen kommt man zu einer Separation der topographischen Effekte von den magnetischen.

6.) Nanoindentierung

Das Rasterkraftmikroskop kann mit einem Messkopf (Hysitron Triboscope) zur Durchführung von Nanoindentierungsversuchen versehen werden. Dies ist im Prinzip nichts anderes als eine konventionelle Härtemessung, nur in viel kleinerem Maßstab. Der Messkopf ist ein kapazitiver Transducer, der aus zwei festen und einer beweglichen Kondensatorplatte besteht. Abbildung 7 zeigt den Aufbau des Transducers schematisch.

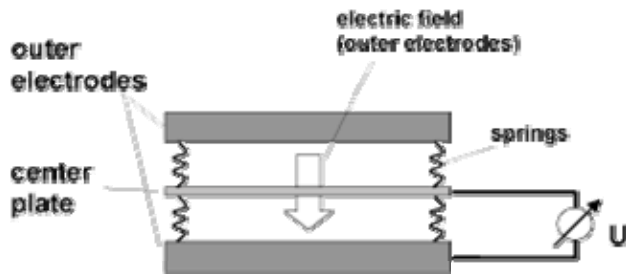


Abbildung 7: Schema des TriboScope - Transducers

An der mittleren Kondensatorplatte ist ein Stift eingeschraubt, der an seinem unteren Ende eine Diamantspitze trägt. Durch Anlegen einer elektrischen Spannung wird eine Kraft auf die mittlere Kondensatorplatte ausgeübt, die Spitze wird dabei in die Probenoberfläche gedrückt. Gleichzeitig wird über die Kapazitätsänderung des Kondensators die Verschiebung der mittleren Kondensatorplatte und somit auch der Spitze gemessen. Man erhält Kraft-Eindring-Kurven, aus denen man die Werte für die Härte und den elastischen Modul berechnen kann.

Der spezielle Vorteil der Kombination des Indentierungsaufsatzes mit dem Rasterkraftmikroskop liegt darin, dass man mit ein und derselben Messspitze die Oberfläche abbilden und die Härtemessung durchführen kann, was eine sehr genaue Positionierung (20 nm) der Indentierung erlaubt; somit können kleinste Gefügebestandteile separat auf ihre mechanischen Eigenschaften untersucht werden.

Im Indenter-Arbeitsmodus ist das Gerät eine Last gesteuerte die Auslenkung aufnehmende Einheit. Eine Indenterspitze wird in die Probe getrieben und zurückgezogen, indem die angelegte Auflagekraft kontinuierlich erniedrigt wird.

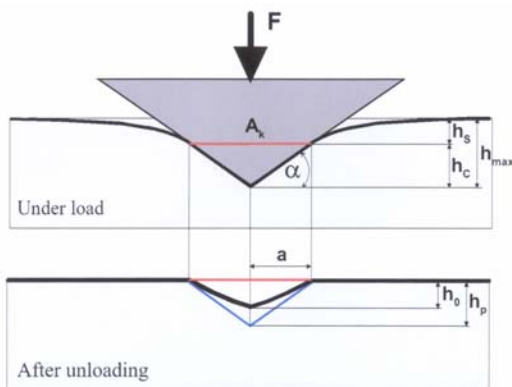


Abbildung 8: Eindruck der Indenterspitze

Die aufgebrachte Last (P) und die Eindringtiefe (h) in die Probe werden kontinuierlich aufgezeichnet (depth sensing indentation, DSI). Von den kontinuierlich gesammelten Daten kann eine Kraft/Eindringkurve aufgezeichnet werden.

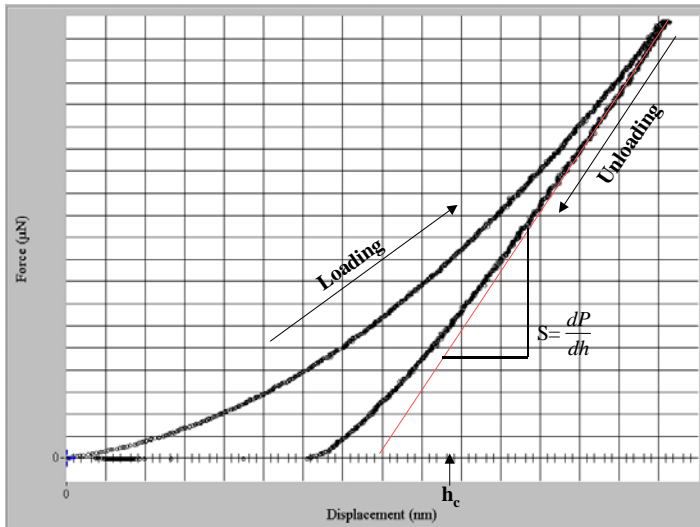


Abbildung 9: Kraft/Eindringkurve

Abbildung 9 zeigt beispielhaft eine Kraft/Eindringkurve, in der die Kraft kontinuierlich bis zu einem Spitzenwert erhöht wird, dort für eine gewisse Zeit gehalten wird, um dann kontinuierlich mit der gleichen Rate wieder abzunehmen. Die Härte der Probe (H) und der reduzierte E-Modul (E_r) werden aus dieser Kurve wie folgt berechnet:

Der reduzierte E-Modul (E_r) wird definiert als: $E_r = S \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A}}$, mit S (Steifigkeit der Entlastung) gleich $\left(\frac{dP}{dh}\right)$ und A gleich der projizierten Fläche.

Der reduzierte E-Modul hängt mit dem E-Modul wie folgt zusammen:

$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu_1^2)}{E_1} + \frac{(1-\nu_2^2)}{E_2}$, wobei der Index 1 mit dem Material des Indenters korrespondiert und

der Index 2 mit dem Material, welches indentiert wird, ν ist das Poisson'sche Verhältnis. Für einen Diamantindenter ist E_1 gleich 1140 GPa und ν_1 ist gleich 0,07. Für die meisten Materialien liegt das Poisson'sche Verhältnis zwischen 0 und 0,5.

Die Steifigkeit der Entlastung (S) wird berechnet, indem die Entlastungskurve der Beziehung $P = A(h - h_f)^m$ angefügt wird. A , h_f , und m sind willkürlich gewählte Fitparameter. Durch Ableitung der vorherigen Gleichung kann die Steifigkeit bestimmt werden:

$S = \frac{dP}{dh}(h_{\max}) = mA(h_{\max} - h_f)^{m-1}$. Die Härte ist definiert als das Verhältnis von Maximallast

zur projizierten Kontaktfläche, $H = \frac{P_{\max}}{A}$. Die Kontaktfläche wiederum wird durch Kalibrierung der Indenterspitzenfunktion bestimmt $A(h_c)$, mit h_c als der Kontakttiefe. Diese wird wie folgt definiert:

$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S}$. Um Kanteneffekte zu berücksichtigen wird der Krümmung

der Oberfläche durch die Einführung der geometrischen Konstanten ε gleich 0.75 Rechnung getragen.