

Aufbau eines UHV-Rasterkraftmikroskops zur Messung an Diamantoberflächen

Masterarbeit

im

Studiengang

"Master of Science"

im Fach Physik

in der

Arbeitsgruppe für Oberflächenphysik
der Fakultät für Physik und Astronomie
der Ruhr-Universität-Bochum

von

Stefan Borgsdorf

aus Lüdenscheid

Bochum 2013

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Theoretische Grundlagen	5
2.1	Wechselwirkungen zwischen Spitze und Oberfläche	5
2.1.1	Van-der-Waals-Kräfte (VdW)	5
2.1.2	Repulsive Kräfte	6
2.1.3	Lennard-Jones-Potential	6
2.1.4	Kapillarkräfte	7
2.1.5	Elektrostatistische Kräfte	8
2.1.6	Metallische Adhäsionskräfte	9
2.2	Kraft-Abstandskurve	10
3	Grundlagen der Messmethode	13
3.1	Lock-in Verstärker	13
3.2	Piezoelektrischer Effekt	18
3.2.1	Piezo-Tube	19
3.3	Der Cantilever	21
3.3.1	Wheatstone'sche Messbrücke als Sensor	21
3.3.2	Aufbau des piezoresistiven Cantilevers	24
3.4	Betriebsmodi	28
3.4.1	Kontakt-Modus	28
3.4.2	Dynamischer Modus	29
4	Entwicklung des RKM	33
4.1	Ausgangssituation	33
4.1.1	Komponenten aus dem Bestand	34
4.1.2	Neue Komponenten	35
4.2	Bestimmung der Resonanzfrequenz	36
4.2.1	Provisorischer Aufbau 1	36

Inhaltsverzeichnis

4.2.2	Prototyp mit μ Modul	39
4.2.3	Prototyp mit μ Modul und Vorverstärker	43
4.3	RKM-Aufbau an Luft	45
4.3.1	Erster Aufbau	45
4.3.2	Temporärer Umbau zum RTM	51
4.3.3	Rückbau zum RKM	54
4.4	Umbau für Messungen im Vakuum	60
4.4.1	Präparation für die UHV-Kammer	60
4.4.2	Erste Messungen an Diamantoberflächen unter Vakuumbedingungen	62
4.4.3	Versuchsaufbau mit eigenem Vorverstärker	68
4.4.4	Weiterführender Umbau für einen UHV-Aufbau	70
5	Zusammenfassung	73
	Literaturverzeichnis	75

1 Einleitung

Im Jahr 1986 erhielt Gerd Binnig nicht nur den Nobelpreis in Physik für die Erfindung des Rastertunnelmikroskops (RTM), sondern er und Calvin F. Quate veröffentlichten einen wissenschaftlichen Beitrag mit dem Titel *Atomic Force Microscope* [Bin86]. Der Grundstein für die Rasterkraftmikroskopie war gelegt.

Das Rasterkraftmikroskop (RKM) ist dabei in der Lage, die wechselwirkenden Kräfte im Bereich von $\approx 10^{-9}$ N zwischen einer Probenoberfläche und einer an einem mikroskopischen Biegebalken (*Cantilever*) befestigten Spitze zu detektieren. Der besondere Vorteil gegenüber dem RTM ist es, auch nicht elektrisch leitende Proben untersuchen zu können. Seit 1994 ist es möglich, eine atomare Auflösung mit einem RKM zu erreichen [Gie00]. Durch das breite Anwendungsgebiet der Rasterkraftmikroskopie kann diese in der Naturwissenschaft einen wichtigen Beitrag zur Untersuchung diverser Oberflächen leisten.

Da in der Arbeitsgruppe Oberflächenphysik aktuell ein großes Interesse an der Untersuchung von Diamantoberflächen besteht, diese jedoch nicht mit den vorhandenen Ultrahochvakuum-RTM (UHV-RTM) untersucht werden können, sollte im Rahmen dieser Arbeit ein UHV-RKM entworfen und aufgebaut werden. Ein Ziel war es, das RKM in ein bestehendes UHV-Kammersystem einzubauen und eine Auflösung von atomaren Terrassenstrukturen zu erreichen. Aufgrund des UHV-Aufbaus musste ein kompaktes Design gewählt werden. Somit wurden piezoresistive Cantilever der Firma *nano analytik GmbH* ausgewählt, anstatt dem weit verbreitetem Design mit optischer Detektion. Außerdem benötigen die piezoresistiven Cantilever, im Vergleich zu einem optischen RKM-Aufbau, keine Justage vor dem Experiment.

Im folgenden Kapitel soll auf die grundlegenden und für diesen Aufbau besonders wichtigen Wechselwirkungen eingegangen werden, welche zwischen der zu untersuchenden Probe und der Messspitze auftreten. Am Ende des Kapitels soll anhand einer Kraft-Abstandskurve der Einfluss durch die Wechselwirkungen veranschaulicht werden.

1 Einleitung

Das dritte Kapitel soll einen Aufschluss über die Grundlagen und Funktionsweisen der wichtigsten Komponenten in diesem Versuchsaufbau geben. Außerdem werden die einzelnen Betriebsmodi, welche im Verlauf dieser Arbeit erprobt und verwendet wurden, genauer dargestellt.

Der Kernteil der Arbeit ist Kapitel 4. Es wird eine detaillierte Beschreibung von der Ausgangssituation bis hin zu einem UHV-tauglichen Aufbau gegeben. Dieses Kapitel wurde in drei Hauptziele unterteilt. Jeder größere Fortschritt wird dabei durch Messungen untermauert.

Eine Zusammenfassung der Ergebnisse und ein umfangreicher Ausblick für eine Optimierung und Erweiterung des Rasterkraftmikroskops werden schließlich im fünften Kapitel gegeben.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Wechselwirkungen zwischen Spitze und Oberfläche

Wie der Name *Rasterkraftmikroskop* schon vermuten lässt, sind für die Bild- bzw. Datenaufnahme alle Kräfte, die zwischen Spitze und Oberfläche auftreten, von Belang. Deswegen ist es einerseits wichtig zu verstehen, welche Kräfte in welchem Abstand zur Oberfläche auftreten und andererseits deren Stärke zu kennen. In diesem Abschnitt werden die für diesen Aufbau wichtigsten Wechselwirkungen beschrieben.

2.1.1 Van-der-Waals-Kräfte (VdW)

Für nichtmagnetische und elektrisch neutrale Oberflächen sind die VdW-Kräfte die dominanteste Wechselwirkung im Abstand von einigen Ångström bis hin zu wenigen Nanometern. Diese Kräfte entstehen durch Dipol-Dipol-Wechselwirkung zwischen zwei Molekülen. Ein wichtiges Merkmal ist, dass sie attraktiv, also anziehend wirken. Dies wird in Abbildung 2.1 verdeutlicht. Die Eigenschaften der VdW-Kräfte lassen sich grob unterteilen. Zum einen wird die Wechselwirkung von polaren Molekülen beschrieben. In diesem Fall sind die permanenten Dipole zueinander ausgerichtet. Des Weiteren können polare Moleküle ein Dipolmoment in nicht polaren Molekülen erzeugen. Dies nennt sich induzierte Dipolwechselwirkung. Zuletzt gibt es noch die Dispersionswechselwirkung. Diese beschreibt zwei dipolfreie Moleküle, bei denen durch fluktuierende Elektronendichten Dispersionskräfte zwischen den nicht polaren Molekülen entstehen.

Das Van-der-Waals-Potential V_{VdW} zwischen zwei Atomen mit dem Abstand z ist proportional zu $-\frac{1}{z^6}$ und die Kraft ist proportional zu $-\frac{1}{z^7}$. Allerdings ist das keine hinreichend genaue Betrachtung. In der Literatur wird daher vereinfacht angenommen, dass die VdW-Kräfte additiv sind und sich durch eine sogenannte Hamakerintegration die VdW-Kräfte zwischen zwei Körpern abzuschätzen lassen. Dabei wird die Spitze als Kugel mit Radius r angenähert und die Oberfläche als glatt angesehen. Dies führt nach

2 Theoretische Grundlagen

[Isr11] zu der Abschätzung

$$\phi_{\text{vdW}}(z) = -\frac{Hr}{6z^6},$$

wobei H die sogenannte Hamakerkonstante ist. Mit $H \approx 10^{-19}$ J, $r = 10$ nm und $z = 1$ nm kann $F_{\text{vdW}} \approx 10^{-9}$ N abgeschätzt werden.

2.1.2 Repulsive Kräfte

Die repulsiven Kräfte haben eine noch kürzere Reichweite als die VdW-Kräfte. Sie treten bei einem Abstand von $z < 1$ Å auf und werden durch Überlappungen der Elektronenorbitale von Spitzen- und Oberflächenmolekülen hervorgerufen. Bei diesen geringen Abständen gilt das *Pauli-Prinzip*, welches besagt, dass die Elektronen aus den überlappenden Orbitalen nicht den gleichen Energiezustand einnehmen dürfen. Als Folge ergibt sich eine Erhöhung der potentiellen Energie. Dieses Potential wird durch eine $\frac{1}{z^{12}}$ -Proportionalität beschrieben. Um diese Kraft in Zusammenhang mit der VdW-Kraft zu bringen, soll zunächst das in Abschnitt 2.1.1 verwendete Beispiel mit $\frac{1}{z^{13}}$ auf die repulsive Kraft angewandt werden und es ergibt sich $F_r \approx 10^{-15}$ N und ist daher eher zu vernachlässigen sowie ebenso bei allen größeren Abständen. Wird der Abstand allerdings auf $z = 1$ Å verringert so ist $F_r \approx 10^{-8}$ N und damit um den Faktor 10 größer als die VdW-Kraft.

2.1.3 Lennard-Jones-Potential

Einen guten Überblick bietet das Lennard-Jones-Potential. Es stellt die Kombination aus der repulsiven und der attraktiven Kraft dar. Es bietet sich besonders gut für die Darstellung der Arbeitsabstände, sowie der verschiedenen Betriebsmodi an (diese werden in Abschnitt 3.4 beschrieben) (Abbildung 2.1).

$$V(z) = \epsilon \left[\left(\frac{\sigma}{z} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{z} \right)^6 \right] \quad (2.1)$$

Dabei sind ϵ und σ empirische Konstanten. Die Kraft ergibt sich aus dem Potential durch $F(z) = -\frac{d}{dz}V(z)$.

2.1 Wechselwirkungen zwischen Spitze und Oberfläche

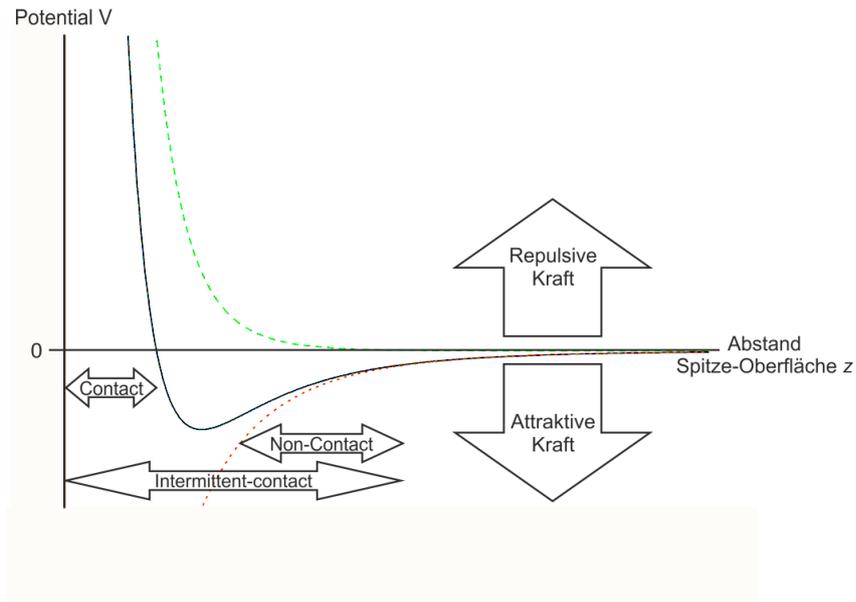


Abbildung 2.1: Darstellung des Lennard-Jones-Potential (schwarz) als Funktion des Abstands z sowie die Darstellung der attraktiven (rot) und repulsiven (grün) Anteile. Außerdem werden die Arbeitsbereiche der verschiedenen Betriebsmodi eingeordnet

2.1.4 Kapillarkräfte

Die Kapillarkraft ist ein Bestandteil bei jeder Messung an Luft und selbst bei Untersuchungen von Proben im Vakuum kann diese Kraft auftreten. Sie wird durch eine nahezu immer vorhandene Adsorbatschicht auf der Probenoberfläche hervorgerufen. Auf jeder Oberfläche befindet sich ein dünner Wasserfilm von wenigen Nanometern, welcher nur durch Ausheizen in einer Vakuumkammer entfernt werden kann. Dabei stellt der Kontakt zwischen Spitze und Oberfläche einen Kondensationskeim dar und ein Meniskus (Abbildung 2.2) kann sich ausbilden. Dieser übt eine attraktive Kraft auf die Spitze aus. Um vereinfacht die maximale Kapillarkraft zwischen Spitze und Oberfläche abschätzen zu können gilt:

$$F_{\text{kap./max}} = -4\pi R\sigma,$$

mit der Oberflächenspannung σ des Adsorbats. Da, wie schon erwähnt, in den meisten Fällen ein dünner Wasserfilm jede Oberfläche benetzt, ist $\sigma_{\text{wasser}} = 0,074 \text{ N m}^{-1}$ und mit $R = 10 \text{ nm}$ ergibt sich eine maximale Kapillarkraft von $F_{\text{kap., max}} = 9 \cdot 10^{-9} \text{ N}$. Diese Kraft wirkt attraktiv und in einem Abstand von $z = (10 - 200) \text{ nm}$. Für eine detaillierte

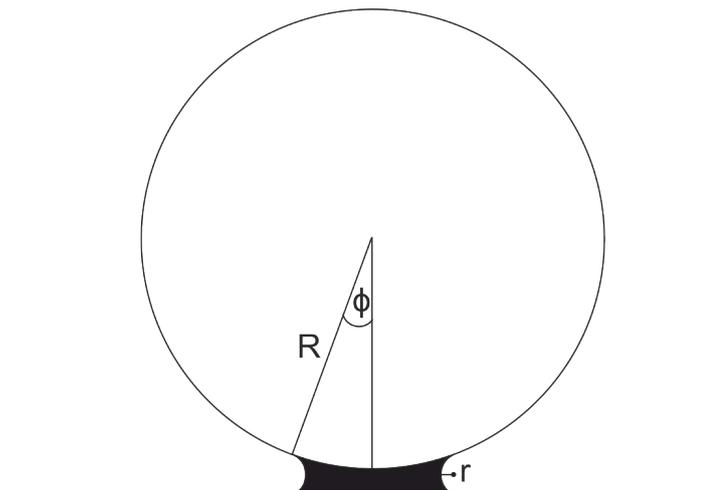


Abbildung 2.2: Meniskusbildung mit Radius r durch einen Adsorbatfilm zwischen Spitze (als Kugel angenähert mit Radius R) und der Oberfläche [Isr11]

Beschreibung sei auf [Hie97] verwiesen.

2.1.5 Elektrostatische Kräfte

Um die elektrostatische Kraft zu beschreiben, geht man davon aus, dass der Cantilever mit Spitze auf einem anderen Potential liegt als die Oberfläche. Zur Vereinfachung nimmt man an, dass die Oberfläche auf Masse liegt und der Cantilever auf dem Potential V_0 . Sie bilden so einen Kondensator mit komplexer Struktur. Die Kraft, die auf den Cantilever wirkt, lässt sich beschreiben durch [Bon06]:

$$F_e = \pi \epsilon_0 V_0^2 g(z) \quad (2.2)$$

ϵ_0 ist dabei die Permittivität im Vakuum und $g(z) \propto \frac{dC}{dz}$ stellt die Verknüpfung zwischen der Kapazität C zum Abstand z dar. $g(z)$ ist dabei abhängig von der Geometrie der Spitze oder des Cantilevers. Eine schematische Darstellung findet man in Abbildung 2.3. Nun muss noch $g(z)$ für den Cantilever und die Spitze bestimmt werden. Nach [Bel97] und wie in Abbildung 2.3 zu sehen ist, wird der Cantilever als flach angesehen, Randeffekte werden ebenfalls nicht berücksichtigt.

$$g_c(x, z) = -\frac{1}{2\pi} \int_{x_1}^{x_2} \frac{B}{Z(x, z)^2} dx \quad (2.3)$$

Dabei gilt für $Z(x, z) = H \cos(\beta) + L \sin(\beta) - x \tan(\beta) + z$ mit L der Länge des Cantilevers und der Breite B .

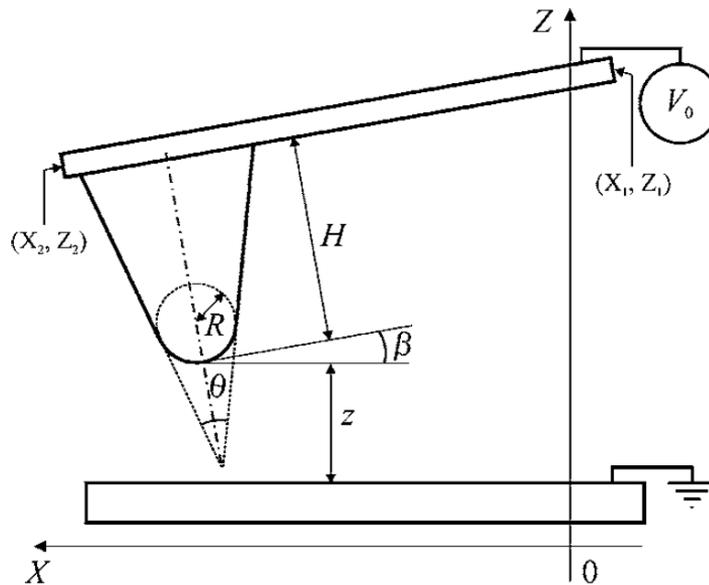


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung eines, durch ein elektrisches Feld, um den Winkel β ausgelenkten Cantilevers (Entnommen aus [Bon06])

Für die Kraft, welche auf die Spitze wirkt, gilt nach [Hud95] folgendes für $g(z)$:

$$g_{k(z)} = -\frac{R}{z} \quad (2.4)$$

Dabei wird die Spitze wieder vereinfacht als Kugel angenommen. Der g-Faktor für verschiedene Spitzenformen kann in [Bon06] nachgelesen werden. Setzt man nun die Gleichungen 2.3 und 2.4 in Gleichung 2.2 ein, so kann die elektrostatische Kraft bestimmt werden. In [Bhu10] wird beschrieben, dass die Kraft zwischen Spitze und Oberfläche meistens dominant gegenüber der Kraft zwischen Canilever und Oberfläche ist.

Die elektrostatische Kraft hat eine relativ lange Reichweite mit $0,1 \mu\text{m} < z < 1 \mu\text{m}$. Sie kann attraktiv als auch repulsiv wirken und ist vergleichsweise stark (siehe Tabelle 2.1).

2.1.6 Metallische Adhäsionskräfte

Diese Kräfte sollten bei diesem Aufbau im Normalfall nicht auftreten. Sie treten nur auf, wenn die Oberfläche metallisch ist und die Spitze metallisch bedampft wurde. Dabei entsteht bei starker Annäherung zweier Metalle eine Überlappung der Wellenfunktionen und ein Elektronenaustausch findet statt. Bei nichtmetallischen Spitzen ist diese Kraft schon im VdW-Modell mit einbezogen.

Um die oben genannten Kräfte nochmals im Vergleich zu sehen, soll Tabelle 2.1 einen

2 Theoretische Grundlagen

Überblick geben.

Wechselwirkung	Reichweite	Kraft
Elektrostatische Kräfte	$\approx 0,1 \mu\text{m} - 1 \mu\text{m}$	10^{-6} N
Kapillarkräfte	$\approx 10 \text{ nm} - 200 \text{ nm}$	10^{-9} N
VdW-Kräfte	$\approx 0,5 \text{ nm} - 10 \text{ nm}$	10^{-9} N
Pauli-Prinzip	$< 1 \text{ \AA}$	10^{-8} N

Tabelle 2.1: Reichweiten und Kräfte der vorgestellten Wechselwirkungen zwischen Spitze und Oberfläche.

2.2 Kraft-Abstandskurve

Die Abhängigkeit der Kraft zwischen Spitze und Probenoberfläche kann sehr gut mit der Kraft-Abstandskurve veranschaulicht werden. Dabei wird noch einmal verdeutlicht wie die attraktiven und repulsiven Kräfte auf den Cantilever wirken. Die experimentellen Details werden in Abschnitt 4.3.3 beschrieben.

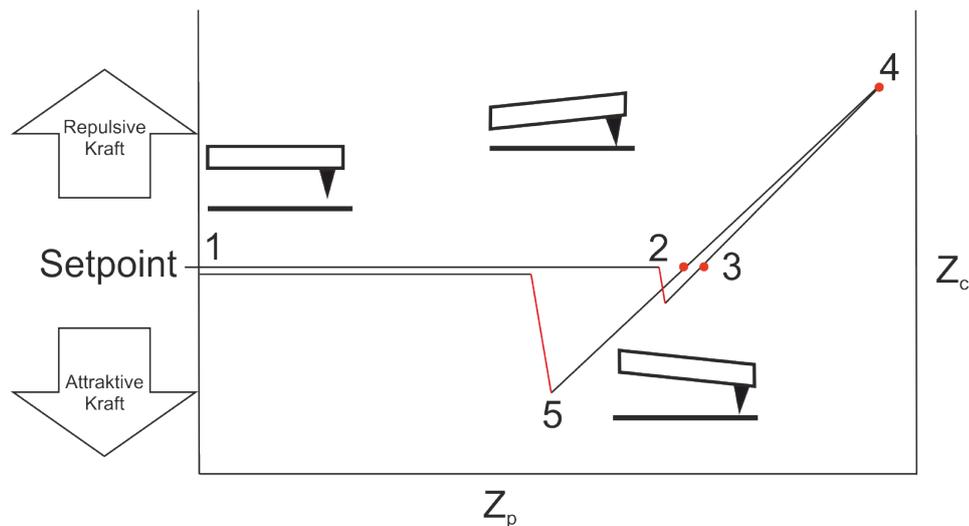


Abbildung 2.4: Bei dieser Kraft-Abstandskurve wird die Kraft, die auf die Spitze einwirkt, und die dadurch resultierende Auslenkung des Cantilevers Z_c gegen den Vor Schub des Piezo-Tubes Z_p aufgetragen.

Abbildung 2.4 lässt sich dabei wie folgt interpretieren. An Position 1 (*Setpoint*) befinden sich die Spitze und Oberfläche noch nicht in Kontakt und der Cantilever ist nicht ausgelenkt. Verringert man den Abstand z durch einen Piezo-Tube (Abschnitt 3.2.1), so findet ab dem Punkt 2 eine spontane Auslenkung des Cantilevers statt. Die Spitze ist dabei im

attraktiven Kräftebereich angelangt (siehe Abbildung 2.1). Sie wird also angezogen, da die attraktiven Kräfte gegenüber der Rückstellkraft des Cantilevers überwiegen. Diesen Vorgang nennt man auch *Snap-on*. Verringert man weiterhin den Abstand, so erreichen die Kräfte wieder ein Gleichgewicht (Punkt 3). Die attraktiven und repulsiven Kräfte gleichen sich aus. Bei geringerem Abstand z überwiegen allerdings die repulsiven Kräfte bis zum Punkt 4. Der Cantilever wird bei diesem Prozess immer weiter nach oben verbogen. Die hier dargestellte Gerade gilt nur für sehr harte Oberflächen, bei denen keine große Verformung auftritt. Vergrößert man nun wieder den Abstand, so ist meistens eine Hysterese zu erkennen, welche auf eine Deformation der Probe hinweist. Der Cantilever gelangt wieder in seine Ruhelage (zweiter roter Punkt). Bei weiterer Abstandsvergrößerung erkennt man, dass die Spitze noch über den *Snap-on* Abstand hinaus in Kontakt mit der Oberfläche bleibt. An Punkt 5 überwiegt die Rückstellkraft des Cantilever und er springt in seine Ruhelage zurück. Diesen Punkt nennt man *Snap-off*.

Die Hysterese zwischen *Snap-on* und *Snap-off* wird zum größten Teil durch die Kapillarkräfte bestimmt. An Luft sollte die Hysterese deutlich stärker ausfallen als bei einer Messung im Ultrahochvakuum. Die Adsorbatschicht sollte in diesem Fall wesentlich dünner oder nicht mehr vorhanden sein. Aus der Kraft-Abstandskurve ist es zudem möglich, die Auflagekraft des Cantilevers auf der Oberfläche zu bestimmen. Dazu wird zunächst das *Hooksche Gesetz* betrachtet.

$$F_c = c_n S \Delta U_s \quad (2.5)$$

Hier ist S die Sensitivität der Wheatstone'schen Brücke, ΔU_s ist die Spannungsdifferenz des ausgegebenen Signals und c_n ist die Federkonstante des Cantilevers, welche sich nach [Lüt95] wie folgt berechnen lässt.

$$c_n = \frac{E \cdot b \cdot t^3}{4 \cdot l^3}$$

Dabei ist t die Dicke, b die Breite, l die Länge und E das Elastizitätsmodul. Die Sensitivität kann aus der inversen Steigung im elastischen Bereich bestimmt werden und ΔU_s lässt sich einfach über die Differenz der Ausgangsspannung berechnen.

2 *Theoretische Grundlagen*

3 Grundlagen der Messmethode

In diesem Kapitel soll die Funktionsweise der wichtigsten Elemente des Versuchsaufbaus erklärt werden. Als erstes wird die Lock-In Technik beschrieben, da diese unerlässlich für ein RKM ist. Des Weiteren wird der piezoelektrische Effekt, der piezoresistive Effekt und die Wheatstone'sche Messbrücke erklärt, um die Funktionsweise des Piezo-Tubes und des Messssensors zu verstehen. Zum Schluss wird der Aufbau des piezoresistiven Cantilevers beschrieben. Da die Betriebsmodi ebenfalls grundlegend für jede Messung sind, sollen hier alle verwendeten Modi beschrieben werden.

3.1 Lock-in Verstärker

In diesem Versuchsaufbau wird der HF2LI Lock-In Amplifier der Firma Zurich Instruments verwendet. Der HF2LI ist dabei das Herzstück des Aufbaus. Er dient nicht nur als einfacher Lock-In Verstärker, sondern auch zur Signalgenerierung und Steuerung der Betriebsmodi PLL und PID, welche in Abschnitt 3.4 beschrieben werden.

In diesem Abschnitt soll zunächst dargestellt werden, welche Vorteile die Lock-In Technik mit sich bringt und ihre Funktionsweise soll näher erklärt werden.

Ein Lock-In Verstärker kommt in der Messtechnik immer dann zum Einsatz, wenn sehr kleine (bis zu 1 nV [Sta93]) oder stark verrauschte Signale verarbeitet werden sollen. In dem, in dieser Arbeit entwickelten Aufbau wird ein $V_{\text{out}} = 50 \text{ nV} - 80 \text{ nV}$ Signal von einer Wheatstone'schen Messbrücke (Abschnitt 3.3.1) ausgegeben und um den Faktor $G = 3900$ verstärkt.

Obwohl die verwendeten Verstärker so ausgewählt wurden, dass sie nur ein geringes Rauschen aufweisen, ist dieses im Vergleich zum Signal noch sehr groß. Damit das Messsignal in diesem Fall aus dem Rauschen herausgefiltert werden kann, benötigt man ein periodisches Signal, welches zum einen zur Anregung des Cantilevers genutzt wird (eine genaue Beschreibung folgt in Abschnitt 3.3) und zum anderen als Referenz genutzt wird.

3 Grundlagen der Messmethode

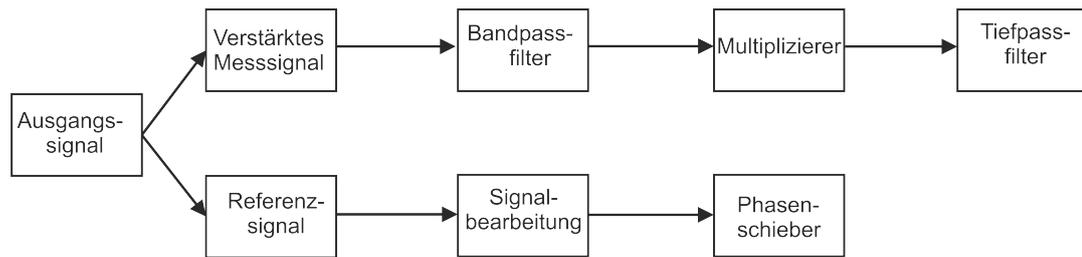


Abbildung 3.1: Blockdiagramm zur Verdeutlichung der Funktionsweise eines Lock-In Verstärkers.

Der HF2LI ist dabei in der Lage, das benötigte Sinussignal zu generieren und dieses auch gleichzeitig als Referenz zu nutzen.

In Abbildung 3.1 wird der schematische Aufbau eines Lock-In Verstärkers als Blockdiagramm dargestellt. Das Sinussignal, welches durch den BNC-Anschluss *Signal Out 1* ausgegeben wird, dient, wie schon erwähnt, als Referenz und zur Anregung des Cantilevers.

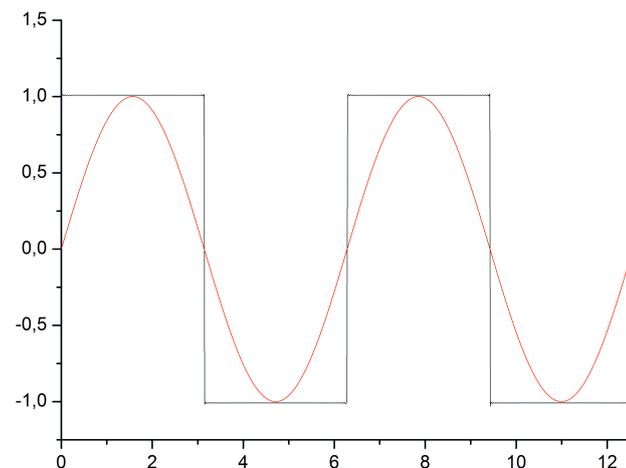


Abbildung 3.2: Der Sinus soll das eingehende Messsignal (rot) darstellen und das Rechtecksignal (schwarz) das bearbeitete Referenzsignal. Beide sind in Phase ($\phi = 0$) und besitzen dieselbe Amplitude.

Dieses Referenzsignal wird in ein Rechtecksignal umgewandelt und durch einen internen Phasenschieber mit dem Messsignal in Phase gebracht, wie es in Abbildung 3.2 zu sehen ist. Die Phasenverschiebung kann in der Steuersoftware ausgelesen werden. Das Messsignal wird auf den *Signal Input 1 +In* BNC-Eingang gegeben. Dieses Signal

durchläuft einen Bandpassfilter, dessen Bandweite in der Software eingestellt werden kann. Referenzsignal und Messsignal werden nun im sogenannten *Multiplizierer* zusammengeführt. Das Zusammenspiel aus Multiplizierer und Tiefpassfilter wird auch *phase sensitive detector* (PSD) genannt. Dies ist wohl das zentralste Element des Lock-In Verstärkers, weshalb die genauere Funktionsweise noch einmal genauer beschrieben wird. In Abbildung 3.3 ist ein Blockdiagramm des PSD dargestellt. Zunächst setzt man ein periodisches Nutzsignal, in diesem Fall U_{Eingang} mit der Amplitude A und der Frequenz ω , voraus.

Somit ergibt sich:

$$U_{\text{Eingang}} = A \cdot \sin(\omega \cdot t)$$

Dieses Signal wird nun mit U_{Referenz} verglichen. Dazu wird das Referenzsignal durch eine *Triggerstufe* in ein Rechtecksignal umgewandelt. Dies entspricht der *Signalbearbeitung* in Abbildung 3.1. Betrachtet man nun die Reihendarstellung des Rechtecksignals, so sieht man, dass nur die ungeraden Harmonischen der Grundfrequenz ω enthalten sind.

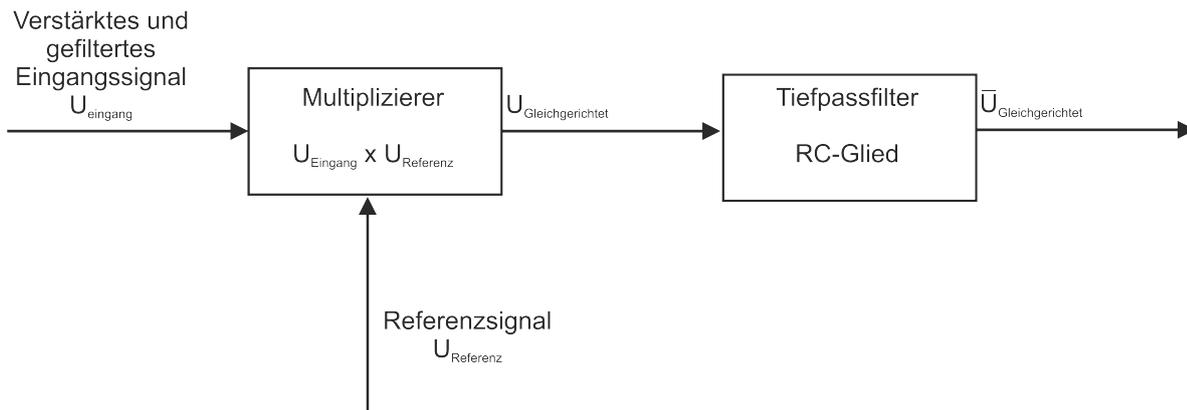


Abbildung 3.3: Blockdiagramm zur Verdeutlichung eines phasenempfindlichen Gleichrichters

$$\begin{aligned}
 U_{\text{Referenz}}^* &= \frac{4}{\pi} \cdot \left[\sin(\omega \cdot t) + \frac{1}{3} \cdot \sin(3 \cdot \omega \cdot t) + \frac{1}{5} \cdot \sin(5 \cdot \omega \cdot t) + \dots \right] \\
 &= \frac{4}{\pi} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{2 \cdot n + 1} \cdot \sin((2 \cdot n + 1) \cdot \omega \cdot t)
 \end{aligned} \tag{3.1}$$

Um zu verstehen wie das gleichgerichtete Signal U^* in Abbildung 3.4 zustande kommt, betrachtet man mathematisch die Multiplikation von Nutz- und Referenzsignal.

3 Grundlagen der Messmethode

$$\begin{aligned}
U^*(t) &= U_{\text{Eingang}} \cdot U_{\text{Referenz}}^* \\
&= A \cdot \sin(\omega \cdot t) \cdot \frac{4}{\pi} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{2 \cdot n + 1} \cdot \sin((2 \cdot n + 1) \cdot \omega \cdot t) \\
&= \frac{4 \cdot A}{\pi} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{2 \cdot n + 1} \cdot \sin((2 \cdot n + 1) \cdot \omega \cdot t) \cdot \sin(\omega \cdot t) \\
&= \frac{4 \cdot A}{\pi} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \frac{1}{2 \cdot n + 1} \cdot \frac{1}{2 \cdot i} (e^{i \cdot \omega \cdot t} - e^{-i \cdot \omega \cdot t}) \cdot \frac{1}{2 \cdot i} (e^{i \cdot (2 \cdot n + 1) \cdot \omega \cdot t} - e^{-i \cdot (2 \cdot n + 1) \cdot \omega \cdot t}) \\
&= \frac{4 \cdot A}{\pi} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \frac{-1}{8 \cdot n + 4} (e^{i \cdot (2 \cdot n + 2) \cdot \omega \cdot t} - e^{-i \cdot 2 \cdot n \cdot \omega \cdot t} - e^{i \cdot 2 \cdot n \cdot \omega \cdot t} + e^{-i \cdot (2 \cdot n + 2) \cdot \omega \cdot t}) \\
&= \frac{4 \cdot A}{\pi} \cdot \sum_{n=0}^{\infty} \frac{-1}{8 \cdot n + 4} (2 \cdot \cos((2 \cdot n + 2) \cdot \omega \cdot t) - 2 \cdot \cos(2 \cdot n \cdot \omega \cdot t)) \\
&= \frac{2 \cdot A}{\pi} \cdot \left[1 - \sum_{n=0}^{\infty} \frac{2}{4 \cdot n^2 - 1} \cos(2 \cdot n \cdot \omega \cdot t) \right]
\end{aligned}$$

Man erkennt, dass das Referenzsignal wie ein periodischer Invertierer wirkt. Dabei wird jede ungerade Halbperiode unverändert gelassen und jede gerade Halbperiode invertiert. Somit ist das Ergebnis eine Fourier-Reihe, welche nur noch alle geraden Harmonischen der Grundfrequenz ω enthält.

Das Signal U^* durchläuft nach dem Multiplizierer ein *RC-Glied* (siehe Abbildung 3.3). Die Zeitkonstante dieses Tiefpassfilters lässt sich ebenfalls in der Software einstellen und ist ein wichtiger Parameter wie in Abschnitt 4.4.2 gezeigt wird. Mit Hilfe dieses Tiefpassfilters lässt sich letztendlich die Amplitude des Messsignals ermitteln. Dabei werden die Harmonischen des Signals U^* unterdrückt und man erhält ein Gleichspannungssignal $\overline{U^*}$, welches proportional zur Amplitude von U^* ist.

$$\overline{U^*} = \frac{1}{\sqrt{2}} U^* \quad (3.2)$$

Der Faktor $\frac{1}{\sqrt{2}}$ gilt für $f_g = f$ wobei f_g die Grenzfrequenz des Tiefpassfilters ist [Dem09]. Die Spannung $\overline{U^*}$ wird in Abbildung 3.4 als rote Gerade dargestellt. Gleichung 3.2 gilt allerdings nur, wenn beide Signale in Phase sind. Man kann sich direkt überlegen, dass der Einfluss der Phasenverschiebung ϕ durch eine Multiplikation einer Cosinus-Funktion mit der Ausgangsspannung dargestellt werden kann.

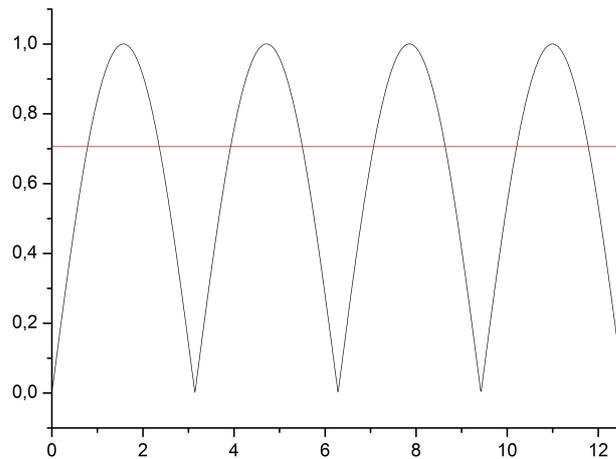


Abbildung 3.4: Darstellung des multiplizierten Signals (schwarz) nach dem Multiplizierer und vor dem Tiefpassfilter und des Gleichspannungssignals (rot) nach dem Tiefpassfilter nach Gleichung 3.2

$$\overline{U^*} = \frac{1}{\sqrt{2}} U^* \cdot \cos(\phi)$$

Mit diesen Informationen lässt sich nun erklären, warum der Lock-In Verstärker oder vielmehr der PSD das Rauschen auf dem Messsignal unterdrückt. Alle Frequenzen die unterschiedlich von der eingestellten (*locked*) Referenzfrequenz sind, werden durch den Multiplizierer und das Referenzsignal in positive und negative Signalanteile überführt. Diese werden dann im Tiefpassfilter durch Integration zu null gemittelt. Auch ein möglicher Offset wird so unterdrückt.

3.2 Piezoelektrischer Effekt

Der Piezo-Röhrchenscanner, im Folgenden Piezo-Tube genannt, spielt eine elementare Rolle für die Annäherung und auch für die reale Regelung. In diesem Abschnitt wird daher zum einen der piezoelektrische, sowie der eigentlich für diesen Aufbau interessante inverse piezoelektrische Effekt kurz erläutert. Außerdem wird der genaue Aufbau des verwendeten Piezo-Tubes einschließlich seiner Eigenschaften beschrieben.

Der piezoelektrische Effekt wurde im Jahr 1880 von *Pierre Curie* und *Jacques Curie* entdeckt. Dabei wurde eine Quarzplatte an zwei gegenüberliegenden Seiten mit einer Folie beschichtet. Eine Folie war geerdet und die andere an ein Elektrometer angeschlossen. An zwei anderen gegenüberliegenden Seiten wurde die Platte zum einen befestigt und zum anderen wurde ein Gewicht angebracht. Durch das Anbringen des Gewichtes konnte ein Ladungstransport am Elektrometer ermittelt werden.

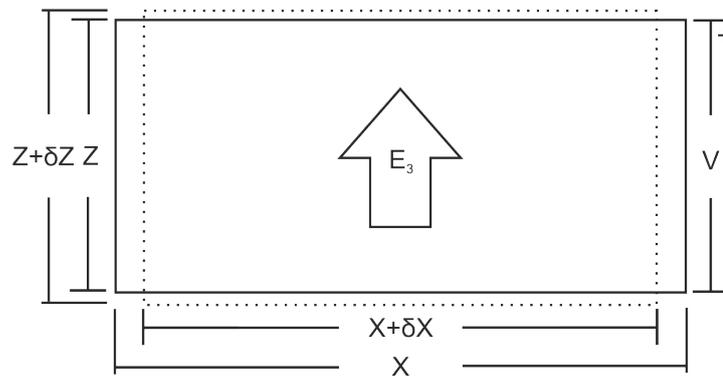


Abbildung 3.5: Schematische Änderung der Geometrie eines Piezomaterials durch anlegen einer Spannung V

Dabei bilden sich durch die gleichgerichtete Verformung elektrische Dipole in der Elementarzelle. Der Ladungsschwerpunkt wird also verschoben und über die Summe aller dadurch resultierenden elektrischen Felder in den Elementarzellen führt das zu einer messbaren, wenn auch kleinen Spannung. Betrachtet man zunächst die Kristallstruktur von Quarz (SiO_2) oder *Tiefquarz*, so sieht man, dass es ein ein trigonal-trapezoedrisches Kristallsystem der Punktgruppe 32 besitzt. Dabei sitzt ein Si-Atom zentral in einem Tetraeder aus vier Sauerstoffatomen [Okr10]. Wirkt eine Kraft in die kristallografische Richtung [111], so wird die Tetraederstruktur gestaucht. Der Tetraeder wird elektrisch polarisiert und eine Nettospannung tritt auf der Oberfläche in Richtung [111] auf. Für den Fall des inversen piezoelektrischen Effekts wird anstatt des Abgreifens der Spannung eine Spannung angelegt und der Kristall verformt sich entsprechend. In Abbildung 3.5

soll vereinfacht dargestellt werden, wie sich die Form eines Quarzkristalls bei angelegter Spannung verändert. Ein wichtiger Parameter ist der piezoelektrische Koeffizient. Um diesen zu bestimmen gilt zunächst $E_3 = \frac{V}{z}$ und für die Komponente des Dehnungstensor in x -Richtung $S_1 = \frac{\delta x}{x}$, sowie für die Komponente des Dehnungstensor in z -Richtung $S_3 = \frac{\delta z}{z}$. Der piezoelektrische Koeffizient ist durch den jeweiligen Dehnungstensor als auch durch die Stärke des angelegten elektrischen Feldes definiert [Che93].

$$d_{31} \equiv \frac{S_1}{E_3} \quad (3.3)$$

Dieser Koeffizient ist sehr wichtig für eine Abschätzung des Scanbereichs (siehe Gleichung 3.4).

3.2.1 Piezo-Tube

Für die heutigen Anwendungen in der Rastersondenmikroskopie werden allerdings keine Quarzkristalle verwendet, sondern Keramiken wie z.B. PbZrO_3 oder PbTiO_3 . Diese besitzen stärkere piezoelektrische Eigenschaften und werden PZT-Keramiken (Blei-Zirkonat-Titanate) genannt. Allerdings sind diese Stoffverbindungen noch nicht sofort piezoelektrisch. Dies lässt sich dadurch erklären, dass sie in der *Perowskit-Kristallstruktur* auskristallisieren, welche eine zentrosymmetrische Punktgruppe $m\bar{3}m$ besitzt. Erst unterhalb der Curie-Temperatur T_C kann das Material durch Verzerrungen in eine nicht-zentrosymmetrische Perowskit-Struktur übergehen und es bildet sich ein Dipolmoment aus. Diese sind nach dem Herstellungsprozess (Sinterprozess) ungeordnet und zeigen noch keine makroskopischen piezoelektrischen Effekte. Ähnlich wie bei der Herstellung eines Permanentmagneten aus einem harten ferromagnetischen Material werden durch Anlegen einer hohen Spannung (60 kV/cm) kurz unterhalb von T_C und einem Zeitraum von ca. 1 h die ungeordneten Dipolmomente ausgerichtet und für einen langen Zeitraum polarisiert [Che93]. Nun besitzt das Material piezoelektrische Eigenschaften, welche durch Heizen auf Temperaturen über T_C zerstört werden. Vom Hersteller wird empfohlen nicht über $T_{\text{heiz.}} = \frac{T_C}{2}$ zu kommen, wobei typischerweise $T_C \approx 300^\circ\text{C}$ ist. Somit wird eine lange Lebensdauer gewährleistet.

Der Aufbau des verwendeten Piezo-Tubes der Firma *PI Ceramics* ist in Abbildung 3.6 zu sehen. Dabei wurde die PZT-Keramik von innen komplett mit Silber beschichtet und die Außenseite mit CuNi. Die Außenschicht wurde vierfach radial segmentiert und dient zur Kontaktierung von $\pm x$ und $\pm y$. Auf der Innenseite wird Z kontaktiert. Dieser Piezo-Tube wurde für den Versuchsaufbau durch einen Isolationsring aus Keramik mit

3 Grundlagen der Messmethode

einem UHV-Kleber der Firma *Polytec PT: Polymer Technologies* erweitert, sowie durch ein Aluminiumplättchen, welches den *Massenkontakt* darstellt (siehe Abbildung 3.6).

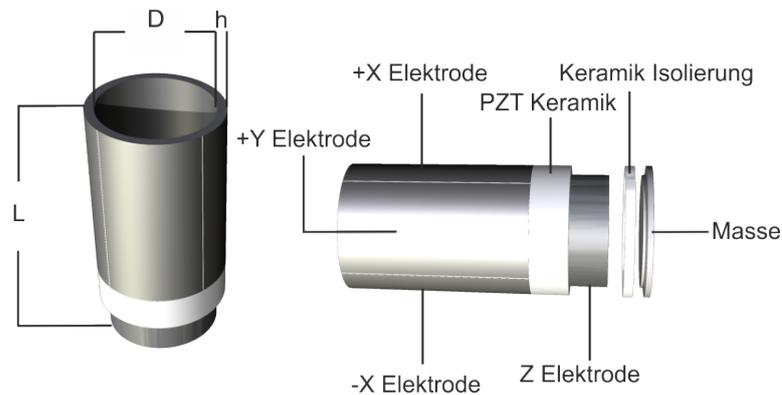


Abbildung 3.6: Schichtdarstellung des verwendeten Piezo-Tubes nach *Binnig* und *Smith* [Che93]

Durch die bipolare Kontaktierung wird der größtmögliche Scanbereich erzielt, den die Geometrie des Tubes zulässt [Che93]. Dabei wird durch das Anlegen von $(U_x, -U_x)$ der Tube auf der einen Seite verkürzt und auf der anderen Seite gestreckt. Die dadurch resultierende Verkrümmung führt zu einer lateralen Bewegung des Tubes. Die angelegte Spannung U_z an der Innenelektrode verursacht eine gleichmäßige Verlängerung oder Verkürzung aller vier Segmente und bestimmt somit die vertikale Position. Um eine Vorstellung des Scanbereiches in x -, y -Richtung zu bekommen, gilt folgende Gleichung [Che93]:

$$\delta x = \delta y = \frac{2\sqrt{2}d_{31}VL^2}{\pi Dh} \quad (3.4)$$

Der Scanbereich ergibt sich somit zu $\delta y \cdot \delta x \approx 3,7 \mu\text{m}^2$. Die benötigten Daten sind in Tabelle 3.1 aufgeführt.

Dieser nutzbare Scanbereich wird nun durch die digitale Ansteuerung des Ablenkverstärkers in 65536 (16 Bit) diskrete Schritte unterteilt. Dies bedeutet, dass ein Einzelschritt

Parameter	Wert	Einheit
D	5,35	mm
h	0,5	mm
L	14	mm
V_{\pm}	150	V
d_{31}	1,8	$\text{\AA} \text{V}^{-1}$

Tabelle 3.1: Benötigte Parameter des Piezo-Tubes zur Bestimmung des Scanbereichs

$\Delta x_{\text{Schritt}} \approx 0,57 \text{ \AA}$ beträgt. Für einen größeren Scanbereich kann man zum einen die Spannung erhöhen oder D und L variieren. Es ist aber zu beachten, dass kompaktere Piezo-Tubes weniger schnell durch äußere Einflüsse resonant angeregt werden, da ihre Resonanzfrequenz im Vergleich größer ist.

3.3 Der Cantilever

In diesem Abschnitt soll der genaue Aufbau der verwendeten piezoresistiven Cantilever beschrieben werden. Dabei wird besonders auf die *Wheatstone'sche Brückenschaltung* eingegangen, sowie auf die integrierten piezoresistiven Widerstände und warum dieses System besonders sinnvoll ist. Es wird außerdem der Herstellungsprozess und die Platzierung der einzelnen Komponenten beschrieben.

3.3.1 Wheatstone'sche Messbrücke als Sensor

Wie schon in Abschnitt 3.1 erwähnt wurde, wird das eigentliche Messsignal über eine *Wheatstone'sche Brückenschaltung* generiert. Um verstehen zu können, wie das Messsignal zustande kommt, sollte zum einen die Funktionsweise einer Wheatstone'schen Brückenschaltung verstanden werden und zum anderen der hierfür wichtige piezoresistive Effekt.

Piezoresistiver Effekt

Anders als bei einem metallischen *Dehnmess-Streifen* (DMS), bei dem sich der elektrische Widerstand hauptsächlich durch Änderung seiner Geometrie ändert und der spezifische Widerstand unbeeinflusst bleibt [Her12], wird die Änderung eines piezoresistiven Widerstandes durch Verzerrungen der Kristallstruktur hervorgerufen. Der spezifische Widerstand ist dabei abhängig von einer mechanischen Spannung.

3 Grundlagen der Messmethode

Typischerweise werden Halbleitermaterialien für piezoresistive Widerstände benutzt. Silizium weist dabei ein besonders gutes Verhalten auf. Dieser Effekt beruht zu einem Großteil auf der Beweglichkeitsänderung der Ladungsträger und nur zu einem geringen Anteil auf einer Änderung der Geometrie [Ger06]. Wie bereits bemerkt, wird durch die Verzerrung der Kristallstruktur auch die Bandstruktur verändert. Der piezoresistive Effekt hängt hauptsächlich von der Kristallrichtung, der Dotierung und der Temperatur ab. Da der spezifische Widerstand bei solch einem piezoresistiven Material anisotrop ist, ändert er sich unterschiedlich stark in den Kristallachsen und muss somit als Tensor beschrieben werden [Ger06]. Das Vorzeichen des *k-Faktors* (entspricht der Empfindlichkeit) kann durch *p*- oder *n*-Dotierung bestimmt werden, wie in Abschnitt 3.3.2 zu sehen sein wird. Der große Vorteil dieses Effektes ist es, dass die Empfindlichkeit gegenüber der des metallischen DMS um den Faktor 10 – 100-fach größer ist [Ger06].

Piezoresistiver Widerstand

Wir kennen zwei verschiedene Arten von piezoresistiven Widerständen. Zum einen gibt es den diskreten Widerstand, welcher kommerziell zu erwerben ist und auf den Kraftsensor aufgeklebt wird; zum anderen den integrierten Widerstand. Er ist Bestandteil des Sensormaterials und wird z.B. durch Ionenimplantation hergestellt. Es ist somit klar, dass diese Widerstände sehr klein strukturiert werden können. Daher eignen sie sich besonders gut als Widerstände für eine *Wheatstone'sche Brückenschaltung* auf einem mikroskopischen Cantilever, so wie er in diesem Aufbau verwendet wird. Ein weiterer Vorteil des integrierten Widerstandes ist es, dass kein Klebstoff verwendet werden muss und somit keine Verfälschungen durch etwaige Hysteresen auftreten.

Wheatstone'sche Messbrücke

In Abbildung 3.7 wird die schematische und auch die reale Brückenschaltung dargestellt. Es ist zu erkennen, dass vier Widerstände $R_1 - R_4$, sowie eine Konstantstromquelle U_Q , benötigt werden. Durch das Verwenden einer Konstantstromquelle ist es nur möglich, rein ohmsche Widerstände zu messen. Induktive Anteile gehen dabei gegen null und kapazitive Anteile gehen gegen unendlich [Pla09].

Die Spannung U_0 ist die sogenannte Brückenspannung und entspricht dem eigentlichen Messsignal. Es gilt dabei:

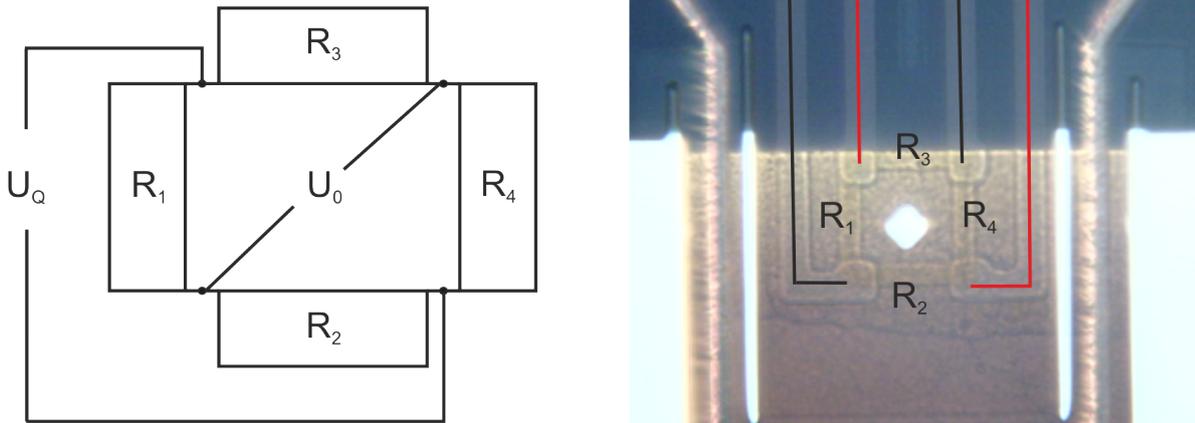


Abbildung 3.7: Links: Schematischer Aufbau einer Wheatstone'schen Brückenschaltung. Rechts: Eine Lichtmikroskopaufnahme der Brückenschaltung von einem der verwendeten Cantilever (rechts). *Schwarz* entspricht der Konstantstromquelle U_Q und *rot* dem Messsignal.

$$U_0 = U_2 - U_4$$

Die Widerstände R_{1-2} sowie R_{3-4} bilden jeweils einen Spannungsteiler. Für den Fall, dass alle Widerstände gleich sind, also $R = R_1 = R_2 = R_3 = R_4$, ist die Spannung $U_0 = 0$. Für die einzelnen Teilspannungen gilt dabei:

$$U_2 = U_Q \cdot \frac{R_2}{R_1 + R_2}$$

$$U_4 = U_Q \cdot \frac{R_4}{R_3 + R_4}$$

Für U_0 ergibt sich somit:

$$U_0 = U_Q \left(\frac{R_2}{R_1 + R_2} - \frac{R_4}{R_3 + R_4} \right)$$

$$U_0 = U_Q \frac{R_2 R_3 + R_2 R_4 - R_1 R_4 - R_2 R_4}{(R_1 + R_2)(R_3 + R_4)} \quad (3.5)$$

Es gibt nun zwei Hauptanwendungsaufgaben für solch eine Brückenschalten. Zum einen lässt sich mit dieser Schaltung ein Widerstand sehr genau bestimmen (*Abgleichverfahren*). Dies ist in diesem Aufbau allerdings nicht relevant. Zum anderen kann aber über das sogenannte *Ausschlagverfahren* die Spannung U_0 als ein Maß für die Änderung eines

3 Grundlagen der Messmethode

oder mehrerer Widerstände von seinem Sollwert genutzt werden.

In Abbildung 3.8 wird noch einmal verdeutlicht, welche Widerstände bei der Oszillation des Cantilevers betroffen sind. Für die folgende Betrachtung gilt nun $R = R_2 = R_3$, $R_1 = R \pm \Delta R$ und $R_4 = R \mp \Delta R$. Dabei ist $\pm \Delta R$ die Widerstandsänderung zum Sollwert. Dies setzt man in Gleichung 3.5 ein.

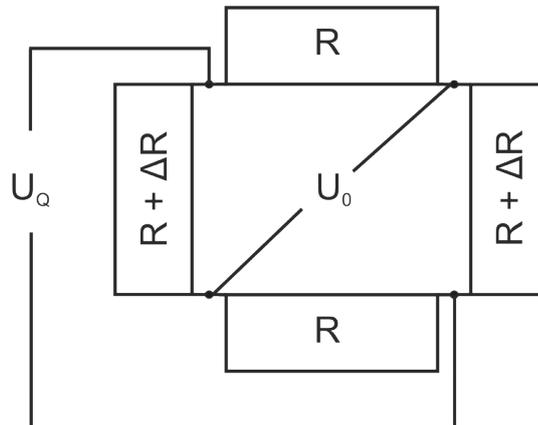


Abbildung 3.8: Halbbrückenschaltung mit zwei veränderlichen Widerständen um den Faktor ΔR

$$\begin{aligned} U_0 &= U_Q \left(\frac{R^2 - (R \pm \Delta R)^2}{(2R \pm \Delta R)^2} \right) \\ &= U_Q \left(\frac{-2R\Delta R - \Delta R^2}{4R^2 + 4R\Delta R + \Delta R^2} \right) \\ U_0 &= -U_Q \frac{\Delta R}{2R + \Delta R} \end{aligned} \quad (3.6)$$

Für den Fall $\Delta R \ll R$ kann das Messsignal annähernd als linear zur Widerstandsänderung angesehen werden, zumal Silizium auch ein lineares Verhalten bei einer Biegung aufweist und dies bis kurz vor dessen Bruchgrenze. Diese Art der Brückenschaltung wird auch *Halbbrücke* genannt.

3.3.2 Aufbau des piezoresistiven Cantilevers

In diesem Abschnitt soll verdeutlicht werden wie die in diesem Aufbau verwendeten Cantilever aufgebaut sind und wie sie funktionieren. Außerdem soll kurz erläutert werden, wie die Wheatstone'sche Brückenschaltung mit piezoresistiven Widerständen in diesem System hergestellt wird.

Als Ausgangsmaterial wird für die Cantilever Silizium verwendet. Wie schon in Abschnitt 3.3.1 erwähnt, ist Silizium besonders gut geeignet, da sich die Verbiegung nahezu linear bis kurz vor der Bruchgrenze verhält und diese Verbiegung nahezu hysteresefrei ist. Die Cantilever werden daher aus $\langle 100 \rangle$ Wafern hergestellt und zeigen in $[110]$ Richtung [Sar11]. Die Richtung spielt aufgrund der erwähnten Anisotropie eine große Rolle für die Empfindlichkeit der piezoresistiven Widerstände.

Der Aufbau des Cantilevers wird in Abbildung 3.9 dargestellt. Es handelt sich dabei um das sogenannte *4-layer design* [Sar11]. Auf der oberen Seite erkennt man eine meanderförmige Struktur und einige Kontaktflächen. Diese bestehen aus einer $0,3\ \mu\text{m}$ dünnen Aluminiumschicht. Darunter befindet sich eine ca. $0,3\ \mu\text{m}$ dünne Schicht aus Si_3N_4 . Die dickste Schicht besteht aus Phosphor dotiertem Silizium (*n-Si*) mit einer Dicke von $5\ \mu\text{m}$. In dieser Schicht befindet sich die Wheatstone'sche Brückenschaltung. Um die vier piezoresistiven Widerstände herzustellen, dotiert man diese sehr hoch mit Bor (*p++Si*). Diese werden als vier blaue Rechtecke in Abbildung 3.9 dargestellt. Zudem wird das Siliziumsubstrat über einen mit Phosphor sehr hoch dotiertem Bereich kontaktiert (gelber Bereich). In diesem Schritt kann auch die Spitze dotiert werden [Got98]. Diese Bereiche, mit Ausnahme der Spitze, sind mit den Kontaktflächen aus Aluminium elektrisch verbunden. Auf der Unterseite des Cantilevers wurde eine relativ dicke Aluminiumschicht von $1\ \mu\text{m}$ aufgebracht.

Die Anregung der Verbiegung dieser Cantilever im dynamischen Modus beruht auf dem *bimorphen-Effekt*. Dabei wird eine Spannung an der meanderförmigen Struktur angelegt und durch den relativ hohen Widerstand von $R_h \approx 20\ \Omega$ des Heizstreifens entsteht durch die Verlustleistung Wärme. Durch diese Wärmezufuhr dehnen sich alle Materialien im Cantilever aus. Da das Siliziumsubstrat und die Aluminiumschicht auf der Rückseite von ihrem Volumen her dominieren, spielt die Ausdehnung dieser beiden Schichten die größte Rolle für die Verbiegung. Diese kommt dadurch zustande, dass Aluminium einen größeren Wärmeausdehnungskoeffizienten als Silizium besitzt [Sar11]. Somit wird der Cantilever an der Unterseite stärker ausgedehnt als an der oberen Seite. Um eine Einschätzung über die mögliche Auslenkung des Cantilevers zu bekommen, kann die folgende Gleichung [Sar11] einen guten Abschätzung geben:

$$\Delta z = \frac{3l^2}{t_1 + t_2} \left[\frac{\left(1 + \frac{t_1}{t_2}\right)^2}{3 \cdot \left(1 + \frac{t_1}{t_2}\right)^2 + \left(1 + \frac{t_1 E_1}{t_2 E_2}\right) \left(\frac{t_1^2}{t_2^2} + \frac{t_2 E_2}{t_1 E_1}\right)^2} \right] \cdot (\alpha_1 - \alpha_2) \Delta T \quad (3.7)$$

3 Grundlagen der Messmethode

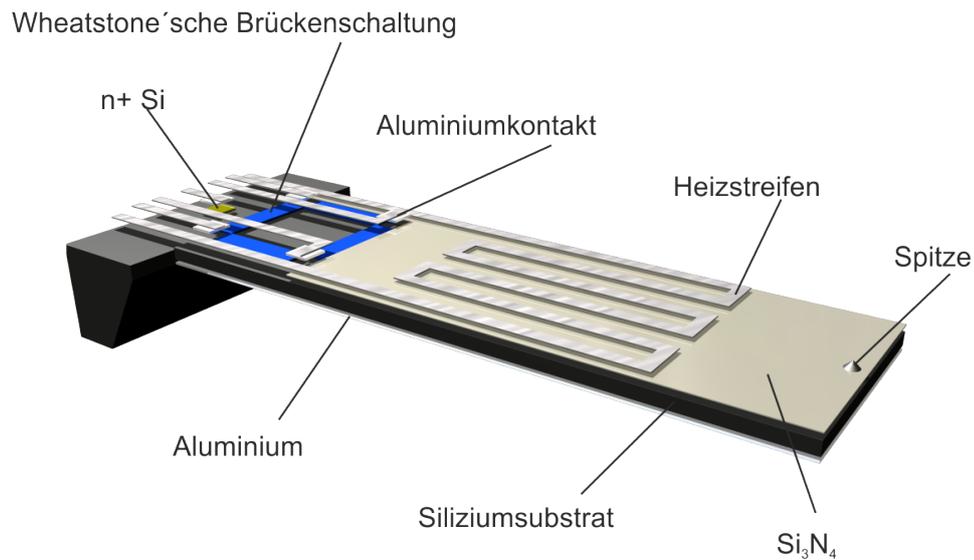


Abbildung 3.9: Schematische Darstellung des 4-layer designs des piezoresistiven Cantilever der Firma *nano analytik GmbH*.

t_1 , E_1 und α_1 sind die Schichtdicke, das Elastizitätsmodul und der Wärmeausdehnungskoeffizient der obersten Schicht, also für Silizium und t_2 , E_2 und α_2 die entsprechenden Werte für Aluminium. l ist die Länge des Cantilevers und ΔT die Temperaturänderung. Diese Abschätzung gilt allerdings nur für einen rechteckigen Cantilever. In [Sar11] wurde die Auslenkung $\frac{\Delta Z}{K}$ und $\frac{\Delta Z}{mW}$ für einen 240 μm langen Cantilever theoretisch und experimentell bestimmt. Für den experimentell bestimmten Wert wurde eine Gleichspannung an den Heizstreifen angelegt mit dem Ergebnis $\frac{\Delta Z^{theo.}}{K} = 28 \text{ nm K}^{-1}$, $\frac{\Delta Z^{theo.}}{mW} = 75 \text{ nm mW}^{-1}$ und $\frac{\Delta Z^{exp.}}{mW} = 67 \text{ nm mW}^{-1}$. Mit diesen Ergebnissen lässt sich grob abschätzen wie stark die Auslenkung durch das Anlegen einer bestimmten Spannung ist.

Die Si_3N_4 Schicht hat die Aufgabe, dem Cantilever eine Vorverbiegung in Richtung der Probenoberfläche zu geben. Diese Vorverbiegung soll dabei allerdings keinen Einfluss auf die piezoresistiven Widerstände haben.

Wie in Abschnitt 3.3.1 beschrieben wurde, wird die Wheatstone'sche Messbrücke in der Form einer *Halbbrücke* verwendet. Zwei der vier piezoresistiven Widerstände sind dabei parallel zum Cantilever in $[110]$ Richtung. Auf diese Weise kann das Rauschniveau reduziert werden, da bei einer Temperaturänderung beide Widerstände gleich stark betroffen wären.

Das letzte wichtige Element ist die Spitze. In Abbildung 3.10 ist die Spitze der ver-

wendeten *High-Performance-Cantilever* der Firma *nano analytik GmbH* zu sehen. Das Ende der Spitze ist dabei weitaus schärfer als man es auf diesem Bild vermuten würde. Erst durch die extrem scharfe Spitze ist es möglich die Topographie von Nanostrukturen hinreichend gut wiederzugeben.

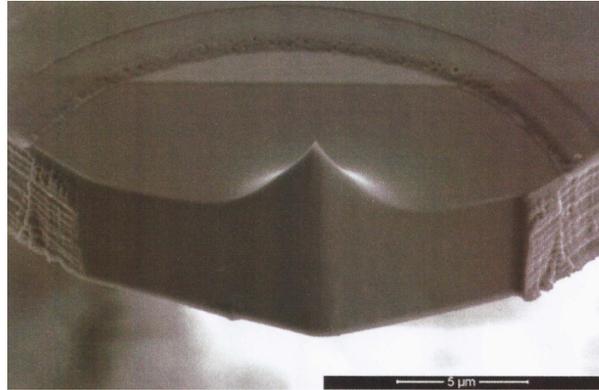


Abbildung 3.10: Spitze des High-Performance-AFM-Cantilevers der Firma *nano analytik GmbH* (Entnommen aus [nan12b]).

Der Spitzenradius ist dabei ein limitierender Faktor. Dieser sollte für Strukturen im unteren Nanometerbereich bis hin zur atomaren Auflösung bei $R < 10$ nm liegen. Die Herstellung solcher Spitzen wird in [Giv00] genauer beschrieben. Für gröbere Auflösungen genügt es natürlich weniger scharfe Spitzen zu verwenden ($R_s \approx 30$ nm). Sie sind im Normalfall auch unempfindlicher gegen Berührungen mit der Oberfläche. Die meisten Spitzen werden durch diverse Ätzverfahren hergestellt. Als Ausgangspunkt wird eine Mesa (Form eines Tafelberges) verwendet. Diese wird an ihren Rändern und in der Mitte des Plateaus mit Photolack beschichtet [Gra97]. Durch das sogenannte *Chemical-dry-etching* Verfahren kann die Spitze freigeätzt werden. In [Ran94] werden drei verschiedene Prozesse zur Herstellung von besonders scharfen Spitzen beschrieben. Die in diesem Aufbau verwendeten *High-Performance-Cantilever* werden mit dem $\text{SF}_6/\text{CCL}_2\text{F}_2 + \text{Ar}$ reaktiven Ionenätzverfahren hergestellt und erreichen nach dem Schärfen einen Spitzenradius von ≈ 20 nm.

3.4 Betriebsmodi

Da in der Rasterkraftmikroskopie mehrere Betriebsmodi zur Verfügung stehen, sollen in diesem Abschnitt alle Modi näher erläutert werden, die im Laufe dieser Arbeit angewandt wurden. Dabei soll nicht nur die Funktionsweise dieser Methoden erklärt werden, sondern auch auf die einzelnen Vor- und Nachteile eingegangen werden.

3.4.1 Kontakt-Modus

Im Wesentlichen gibt es in der Rasterkraftmikroskopie nur zwei verschiedene Kontaktmodi, zum einen den *constant-height-mode* und zum anderen den *constant-force-mode*.

Constant-height-mode

Der *constant-height-mode* ist das einfachste aller Bildgebungsverfahren. Die Spitze wird bis in den repulsiven Kräftebereich an die Probenoberfläche angenähert und steht somit in Kontakt. Durch den Piezo-Tube kann nun die Probe oder die Spitze in x- und y-Richtung verschoben werden. Die Probenoberfläche wird somit abgerastert. Die Verbiegung des Cantilevers gibt dabei einen direkten Rückschluss auf die Oberflächentopographie. Durch diese Verbiegung wird, wie schon beschrieben, ein Signal aus der Wheatstone'schen Brücke ausgegeben, welches bei der Bildgenerierung dem z-Anteil entspricht. In diesem Modus können die höchsten Scangeschwindigkeiten erreicht werden, da keine Regelung benötigt wird, welche die Scangeschwindigkeit unter anderem einschränkt. Ein großer Nachteil ist allerdings die geringe Auflösung und dass nur Oberflächen untersucht werden können, die besonders plan sind. Die Spitze wird bei einer groben Struktur sehr schnell zerstört.

Constant-force-mode

Der Betrieb im *constant-force-mode* ist ein wenig komplexer. Die Spitze wird wieder in Kontakt mit der Oberfläche gebracht und in x-, y-Richtung abgerastert. Die Verbiegung des Cantilevers soll sich dabei nicht ändern. Somit wirkt nach dem ersten Hook'schen Gesetz

$$F_c = k \cdot z_c,$$

mit z_c der Auslenkung des Cantilevers und k der Proportionalitätskonstante, immer dieselbe Kraft auf den Cantilever. Um nun der Topographie bei gleicher Kraft folgen

zu können, muss der Piezo-Tube in z -Richtung nachgeregelt werden. Dabei wird ein sogenannter *integrierender Regler* (I-Glied oder I-Regler) verwendet. Dieser wirkt durch zeitliche Integration der Regelabweichung Δe auf die gewünschte Stellgröße. Der I-Regler hat den großen Vorteil, dass er sehr genau ist und theoretisch jede Abweichung komplett kompensieren könnte. Ein Nachteil ist allerdings, dass er sehr langsam ist. Da die Scangeschwindigkeiten in der RKM nicht sehr groß sind, ist die langsame Regelzeit des I-Reglers ausreichend. Als bildgebendes Signal wird dabei nicht mehr das Signal aus der Wheatstone'schen Brücke verwendet, sondern das Regelsignal für den Piezo-Tube. Dieser Modus lässt nicht so hohe Scangeschwindigkeiten zu wie der *constant-height-mode*, allerdings lassen sich auf diese Weise meistens bessere Auflösungen erreichen und vor allem können rauere Oberflächenstrukturen untersucht werden.

3.4.2 Dynamischer Modus

Aufbauend auf dem Prinzip der Regeltechnik ist es möglich, das RKM im dynamischen Modus zu betreiben. Dynamisch bedeutet in diesem Zusammenhang, dass der Cantilever durch den Heizstreifen und den bimorphen-Effekt (thermisch bimorpher-Aktuator) in Schwingung gebracht werden kann. Mittels eines im HF2LI integrierten *frequency sweeper* besteht die Möglichkeit die Resonanzfrequenz oder auch höhere Eigenmoden zu ermitteln und direkt anzusteuern. Ausgehend von der ermittelten Resonanzfrequenz können zwei verschiedene dynamische Modi angesteuert werden; zum einen der amplitudensensitive Modus und zum anderen der phasensensitive Modus.

Amplitudensensitiver Modus (AM)

Im AM wird der bimorphe-Aktuator mit einer festen Amplitude und der Resonanzfrequenz $f_{\text{steuer}} = f_0^1$ vom HF2LI betrieben. Nähert sich die Spitze der Probenoberfläche an, so wird die Schwingung durch die beschriebenen Kräfte gedämpft. Dabei verschiebt sich f_0^1 im attraktiven Bereich hin zu kleineren Frequenzen ($f_0^2 < f_{\text{steuer}}$). f_0 ist dabei wie folgt definiert:

$$f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k_{\text{eff}}}{m}},$$

mit m der effektiven Masse des Cantilevers und $k_{\text{eff}} = k_c + \frac{\partial F}{\partial z}$ der Federkonstanten des Cantilevers und der Änderung des Kraftgradienten. Da f_{steuer} nicht nachgeregelt wird, befindet man sich an der rechten Flanke der Resonanzkurve und im besten Fall im Be-

3 Grundlagen der Messmethode

reich der größten Steigung. Die Amplitude des Ausgangssignals A_a ist dabei natürlich geringer als in Resonanz. Wird nun die Oberfläche abgerastert, würde sich f_0^2 bei einer Erhöhung auf der Oberfläche weiter verkleinern zu f_0^{2*} (siehe Abbildung 3.11 a)) und bei einer Vertiefung vergrößern. Dies hat zur Folge, dass A_a dabei entlang der Flanke auf und ab wandert. Um nun das bildgebende Signal in z -Richtung zu erhalten, wird die Amplitude an der steilsten Stelle der Flanke als *Setpoint* gesetzt und ein Regelkreis versucht diesen Wert konstant zu halten. Wie bereits bemerkt, würden bei einer Erhöhung f_0 und A_a kleiner werden. Da der Regelkreis allerdings versucht die Amplitude konstant zu halten, wird der z -Piezo entsprechend nachgeführt. Dieses Fehlersignal entspricht dann dem z -Anteil bei der Bildgenerierung.

Ein sehr wichtiger und limitierender Faktor für das Auflösungsvermögen in diesem Modus ist die Steilheit der Flanke. Bei einer extrem steilen Flanke hat eine Änderung von f_0 einen wesentlich größeren Effekt auf die Amplitude als eine weniger steile Flanke. Dieser Zusammenhang wird durch den *Q-Faktor*, also der Güte, ausgedrückt. Wie in [Mar87] zu sehen ist, wird die kleinste zu detektierende Kraftänderung durch

$$\Delta F_{\min} = \frac{1}{A_0} \sqrt{\frac{2 \cdot k_c \cdot k_B \cdot T \cdot B}{f_0 \cdot Q}}, \quad (3.8)$$

mit A_0 der Amplitude des oszillierenden Cantilevers, $B = \frac{1}{\tau}$ der Bandbreite, k_c der Federkonstanten des Cantilevers und $k_B T$ der thermischen Energie bei gegebener Temperatur ausgedrückt. Somit ist klar, dass bei hoher Güte kleinere Änderungen der wirkenden Kräfte gemessen werden können. Daher versucht man Cantilever mit möglichst hoher Güte herzustellen und Messungen im Vakuum durchzuführen, um die Dämpfung der umgebenden Luft auszuschalten. Ein großes Problem besteht allerdings darin, dass der *Q-Faktor* die Zeitkonstante $\tau = \frac{2Q}{f_0}$ [Alb91] mitbestimmt. τ sagt dabei aus, wie lange es dauert bis sich die Amplitude bei einer Änderung des Kraftgradienten vollständig neu eingestellt hat. Es ist dennoch erstrebenswert Cantilever mit einer hohen Güte von z.B. $Q = 50000$ und einer dabei typischen Resonanzfrequenz von $f_0 = 50$ kHz zu betreiben. Da das zu einer Zeitkonstanten von $\tau = 2$ s führen würde, musste ein anderer Modus gefunden werden. Dabei ist zu sagen, dass solch eine hohe Güte erst für Untersuchungen bei lateraler atomarer Auflösung nötig ist. In [Alb91] wurde daher der phasensensitive Modus vorgestellt, welcher diese Bedingungen erfüllt.

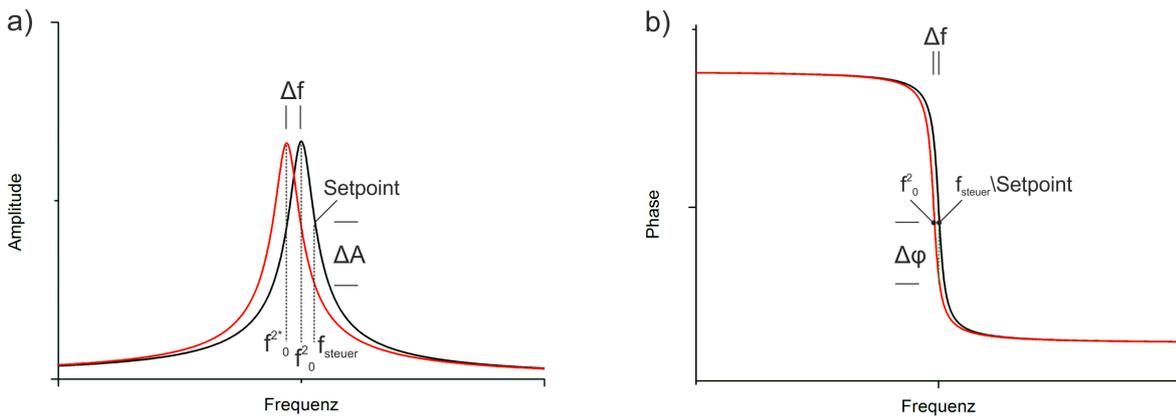


Abbildung 3.11: a) Darstellung der Änderung der Amplitude ΔA im AM, mit festgelegtem Setpoint, bei einer Frequenzverschiebung Δf , welche durch eine Erhöhung auf einer Oberfläche hervorgerufen wurde.
 b) Darstellung der Änderung der Phase $\Delta \phi$ im PM, bei den gleichen Bedingungen wie in a).

Phasensensitiver Modus (PM)

Im PM wird anders als im AM nicht auf die Amplitude geregelt, sondern auf die Phase. Dies soll in Abbildung 3.11 b) noch einmal verdeutlicht werden. Als Regelmechanismus wird der *phase-locked-loop* (PLL) genutzt. Dabei wird der Cantilever ebenfalls in Resonanz gebracht, da das Phasensignal bei f_0 am steilsten ist. Ähnlich wie schon zuvor beschrieben, würde in diesem Fall das Signal der Phase bei eingestellter Frequenz an der Steigung entlang wandern, wenn sich die Resonanzfrequenz abhängig von der Oberflächentopographie verschiebt. Nun wird die Phase durch Verschiebung der Anregungsfrequenz konstant gehalten (*phase-locked-loop*) und das Fehlersignal an den Piezo weitergegeben. Aus dieser Information kann dann die z -Komponente bei der Bildgenerierung bestimmt werden. Dieser Modus ist generell etwas sensitiver als der amplitudensensitive Modus, da die Steigung der Phase bei $f_0 \pm \Delta f_0$ bei kleinem Δf_0 steiler ist als die Flanke der Resonanzfrequenz. Der bedeutendste Vorteil besteht allerdings darin, dass die Bandbreite wesentlich größer ist als im AM. [Alb91] gibt an, dass bei $f_0 = 50 \text{ kHz}$, $\Delta f_0 = 0,01 \text{ Hz}$ und $Q = 50000$ die Bandbreite $B_{PM} = 75 \text{ Hz}$ ist. Dies ist eine enorme Steigerung zu $B_{AM} = 0,5 \text{ Hz}$.

3 Grundlagen der Messmethode

4 Entwicklung des RKM

Dieses Kapitel stellt den Hauptteil dieser Arbeit dar. Es wird nicht nur der schrittweise Ausbau des RKM detailliert vorgestellt, sondern jeder Fortschritt wird durch Messungen bestätigt. Insgesamt wird dieses Kapitel in vier Abschnitte unterteilt. Als erstes soll die Ausgangssituation erläutert werden. Es folgt ein Abschnitt indem beschrieben wird, wie es ermöglicht wurde, den Cantilever in Resonanz anzuregen und das Messsignal auszulesen. Anschließend wird beschrieben, wie das RKM als erster Prototyp an Luft aufgebaut wurde. Im letzten Abschnitt wird der Umbau des RKM für den Einsatz in der UHV-Kammer präsentiert. Außerdem soll ein eigenes UHV-taugliches Sensorchipalterdesign vorgestellt werden. Zusätzlich werden in diesem Kapitel Ausbauschritte vorgestellt, welche nicht den gewünschten Anforderungen entsprachen und somit nicht weiter verwendet wurden. Die daraus erhaltenen Informationen hatten jedoch einen wesentlichen Anteil an dem Fortschritt des weiteren Aufbaus.

4.1 Ausgangssituation

Der erste Schritt in dieser Arbeit bestand darin sich erreichbare Ziele zu setzen und darauf aufbauend einen Plan zu erstellen, bevor man mit der eigentliche Aufbauarbeit beginnt. Die erste Zielsetzung in dieser Arbeit war es, einige Komponenten von einem nicht mehr benötigten Rastertunnelmikroskop zu verwenden. Von daher musste festgestellt werden, welche Komponenten noch zu verwerten sind, welche kommerziell erworben und welche in Eigenarbeit hergestellt werden müssen. Des Weiteren sollte eine laterale Auflösung von einigen Nanometern und eine vertikale Auflösung von atomaren Stufenkanten angestrebt werden. Das letzte Ziel bestand darin das RKM in eine UHV-Kammer einzubauen.

4.1.1 Komponenten aus dem Bestand

Da RKM und RTM denselben Annäherungs- und Rasterprozess verwenden, ist es möglich alle dafür notwendigen Komponenten zu übernehmen. Darunter fällt der Piezo-Tube für die Feinannäherung in z -Richtung und den Rasterprozess in x -, y -Richtung. Dieser muss dabei folgende Bedingungen erfüllen. Er darf nicht zu groß sein, da er so leichter in Resonanz geraten könnte, außerdem darf er nicht zu schmal oder zu dünnwandig sein, um auch mechanischen Belastungen in der horizontalen Ebene widerstehen zu können. Die x -, y -Auslenkung sollte im Micrometerbereich liegen, um einen größeren Übersichtsscan zu ermöglichen. Die Auslenkung in z -Richtung muss größer sein als ein Schritt des Linearmotors. Dabei wurde ein Piezo-Tube mit den Maßen in Tabelle 3.1 genannten Maßen der Firma *Pi-Ceramics* aus dem Bestand ausgewählt. Er erfüllt alle Kriterien hinreichend gut. Für die grobe Annäherung wurde ein *Linearmotor* ausgewählt, welcher über eine *SliderBox* angesteuert wird. Beide Geräte wurden von der Firma *Omicron* hergestellt. Als letztes wurde eine STM-Steuerelektronik der Firma *Omicron* hinzugenommen. Diese ist in der Lage sämtliche Regelungen für ein RTM durchzuführen. Die Ausgangssignale der STM-Steuerelektronik für die x -, y - und z -Richtung werden durch den *PiezoDrive* der Firma *Createc Fischer & Co GmbH* verstärkt. Dieser besitzt eine maximale Ausgangsspannung von $U_a = \pm 150 \text{ V}$. Alle Komponenten sind miteinander kompatibel und wurden schon erfolgreich in einem anderen Aufbau verwendet. Ein großer Vorteil besteht darin, dass eine Steuersoftware *STMAFM 3.0* der Firma *CreaTec Fischer & Co GmbH* vorhanden ist. Diese ist ebenfalls für den Betrieb eines Rasterkraftmikroskops geeignet. Zudem standen uns fünf piezoresistive Cantilever von Herrn Dr. Stefan Kubsky *Synchrotron SOLEIL* für erste Testzwecke zur Verfügung. Hinzu kam eine von Herrn Dr. Stefan Kubsky angefertigte Halte- und Kontaktvorrichtung.

Neben den Elektronikkomponenten konnten auch einige mechanische Bauteile wiederverwertet werden. Darunter fällt eine Haltevorrichtung, die zur Befestigung des Linearmotors dient. Außerdem sind drei Auflageböckchen an der Oberseite befestigt, welche speziell für die in dieser Arbeitsgruppe verwendeten Probenhalter ausgerichtet sind (siehe Abbildung 4.11). Des Weiteren stand eine federgedämpfte Auflagefläche zur Verfügung. Die vier Federn sind an einem DN150CF Flansch befestigt, welcher außerdem mit acht DN16CF Flanschen ausgestattet ist. Die große Auswahl von DN16CF Flanschen ist sehr gut geeignet zur Separierung der elektrischen Durchführungen.

Die letzte und wichtigste Komponente war eine vollkommen funktionsfähige UHV-Kammer, die wieder in Betrieb genommen werden sollte. Die Vorteile dieser Kammer sind, dass auf der Oberseite ein DN150CF Flansch befestigt werden kann und es so möglich ist

das RKM mit kompletter Schwingungsdämpfung von oben einzubauen. Ein DN150CF Flansch an der Seite gibt die Möglichkeit in der Aufbauphase kleinere Reparaturen sowie den Tausch der Messsensoren oder der Proben durchzuführen. Außerdem ist es möglich, die Kammer auf luftgedämpfte Standbeine aufzubocken, um eine besonders gute Schwingungsdämpfung zu gewährleisten. Die UHV-Kammer ist in Abbildung 4.1 zu sehen.

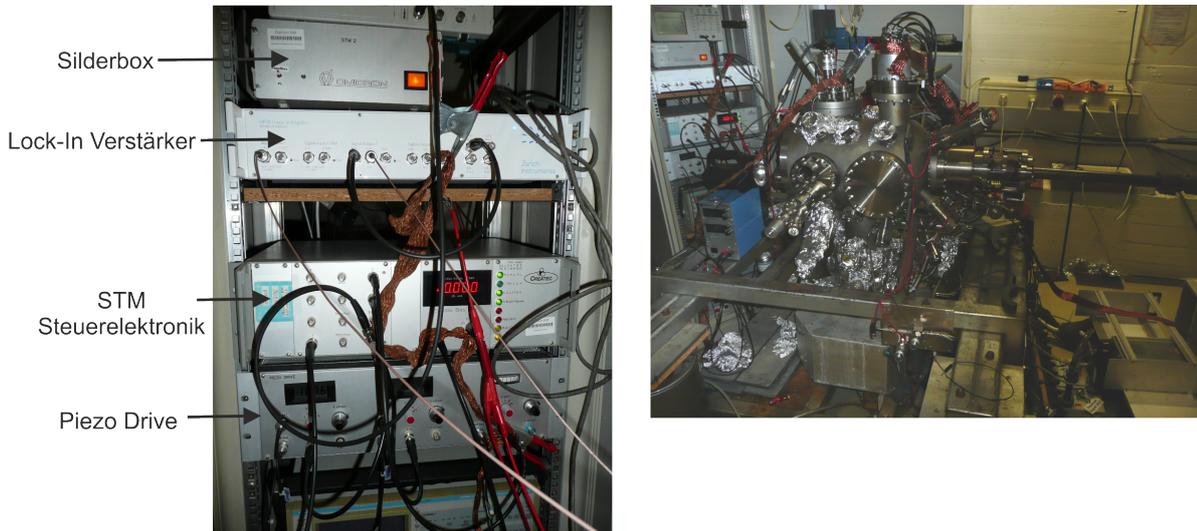


Abbildung 4.1: Links: Die wichtigsten Steuerkomponenten aus dem Bestand und der HF2LI. Rechts: Die für den Einbau des RKM verfügbare UHV-Kammer.

4.1.2 Neue Komponenten

Wie schon in Abschnitt 3.1 erwähnt wurde, ist ein Lock-In Verstärker ein sehr grundlegender Bestandteil eines solchen Aufbaus. Da für das geplante RKM auch ein Sinussignal zur Anregung, eine Gleichspannungsquelle für die Vorverbiegung des Cantilevers, ein *frequency sweep* Modus und Regeltechniken wie *PID* und *PLL* benötigt werden, wurde der Lock-In Verstärker HF2LI der Firma *Zurich Instruments* ausgewählt (siehe Abbildung 4.1). Dieser Lock-In Verstärker erfüllt alle genannten Bedingungen. Außerdem ist er in der Lage, ein Sinussignal von bis zu 50 MHz zu generieren, wodurch es ermöglicht wird, Cantilever mit extrem hoher Resonanzfrequenz zu betreiben. Für die Inbetriebnahme der Wheatstone'schen Messbrücke wurde noch eine Konstantstromquelle benötigt, ergänzt durch einen Vorverstärker, der das relativ schwache Signal von bis zu wenigen 100 nV der Messbrücke verstärkt bevor es den Lock-In Verstärker erreicht. Natürlich wurden auch zusätzliche Cantilever benötigt. Zunächst wurden 5 Sensoren ohne Spitze und in einheitlichem Design sowie eine Kontakt- und Haltevorrichtung der Firma *nano analytik*

GmbH bestellt.

Neben den kommerziell zu erwerbenden Komponenten mussten ebenfalls Komponenten neu hergestellt werden. Dazu gehörte ein weiterer Ausbau der Schwingungsdämpfung. Ein noch viel wichtigerer Aspekt war es allerdings, ein Konzept für einen neuen Sensorhalter und das Kontaktdesign zu entwickeln, welches es ermöglicht, UHV-Bedingungen zu erreichen und in situ einen Sensorwechsel durchzuführen.

4.2 Bestimmung der Resonanzfrequenz

Für diesen Versuchsaufbau und für die angestrebten Ziele (dynamischer Modus) ist es wichtig die Resonanzfrequenz des Cantilevers zu finden und zwar unter den Bedingungen eines geringen Rauschniveaus und einer klaren Phasenverschiebung von $\phi = 180^\circ$. Dabei wurde im ersten Schritt versucht mit den zu Beginn gegebenen Mitteln einen eigenständigen Aufbau zu entwerfen. Dieser wurde dann durch zusätzliche Komponenten der Firma *nano analytik GmbH* in zwei weiteren Schritten erweitert.

4.2.1 Provisorischer Aufbau 1

Es wurde zunächst versucht, die Resonanzfrequenz bei den von Herrn Dr. Stefan Kubsky bereitgestellten Cantilevern zu finden. Dabei ist zu bemerken, dass die Cantilever von einem Siliziumträger abstehen. Auf diesem Siliziumkörper verlaufen Kontaktbahnen bis zum Ende des Siliziumträgers, von wo sie durch das sogenannte *bonding*-Verfahren, durch einen sehr dünnen Draht (25 μm), mit einem sogenannten Sensorchip verbunden werden.

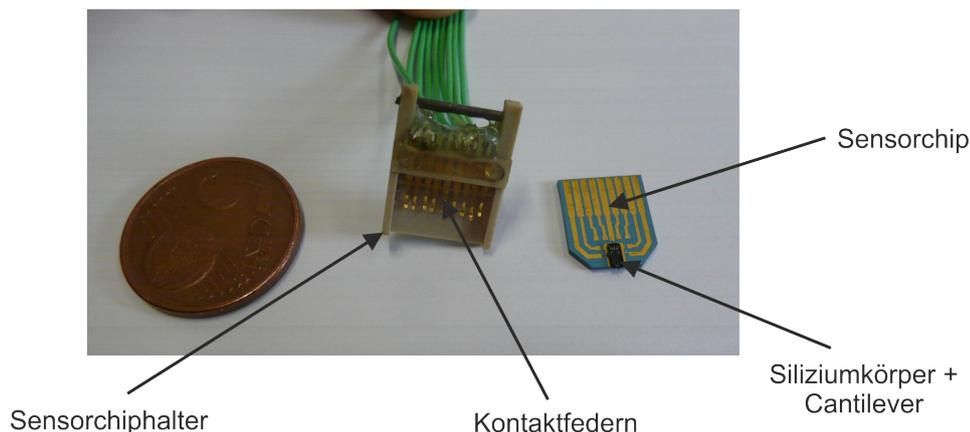


Abbildung 4.2: Sensorchip und Halterung. Der Halter besteht aus *PEEK*, einem UHV kompatiblen Polymer und vergoldeten Kontaktfedern. Der Sensorchip besteht aus einer Keramik mit lithographisch strukturierten Leiterbahnen aus Gold.

Dieser Sensorchip kann dann in eine dafür vorgesehene Halterung eingeschoben werden, um mit dem Aufbau verbunden zu werden. Die dazu passende Sensorchiphalterung wurden am Synchrotron SOLEIL hergestellt. Diese Bauteile sind in Abbildung 4.2 zu sehen. Um den Cantilever in Resonanz zu bringen, muss ein Sinussignal für den Heizstreifen über den HF2LI generiert werden. Eine Stromquelle für die Messbrücke mit $I_v = 400 \mu\text{A}$ und ein Vorverstärker zwischen Messbrücke und dem HF2LI wurde bereitgestellt. Ein schematischer Aufbau ist in Abbildung 4.3 zu sehen.

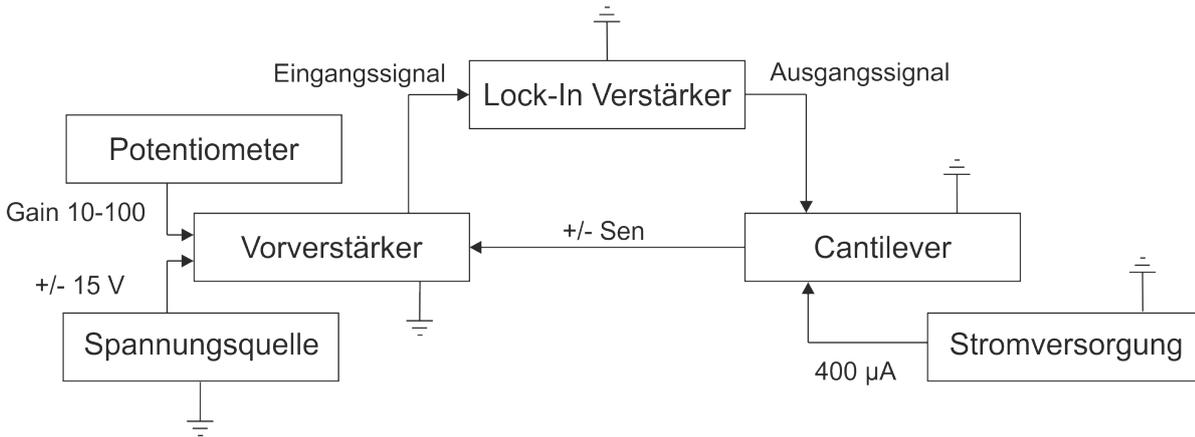


Abbildung 4.3: Schematischer Aufbau des ersten Testversuchs.

Der durch die Temperaturänderung am Heizstreifen zum Schwingen angeregte Cantilever soll über die Brückenschaltung in derselben Frequenz ein Signal generieren (siehe Abschnitt 3.3.1). U_Q wird über eine Spannungsquelle generiert, bei der ein passender Widerstand in Reihe geschaltet wird, sodass eine Stromversorgung von $I_v = 400 \mu\text{A}$ gewährleistet werden kann. Die Differenzspannung U_0 wird durch $\pm sen$ ausgedrückt und an den Eingängen $\pm In$ eines Operationsverstärkers (OPV) angeschlossen. Für die Auswahl des OPV wurden folgende Bedingungen gestellt. Er sollte ein sehr geringes Rauschverhalten aufweisen und seine Verstärkung sollte im Bereich $G = 1 - 100$ bei Frequenzen $< 100 \text{ kHz}$ stabil sein. Es wurde ein *INA101* ausgewählt, da er diese Bedingungen erfüllen sollte. Der OPV wurde nach Abbildung 4.4 beschaltet, wobei $0,5 \leq R_G \leq 5 \text{ k}\Omega$ durch ein Potentiometer eingestellt werden kann. Dies entspricht nach $G = 1 + \frac{40000}{R_G}$ dem gewünschten Verstärkungsbereich.

Für die Spannungsversorgung des OPV konnte eine Konstantspannungsquelle, welche genau $U_v = \pm 15 \text{ V}$ ausgibt, genutzt werden. Zwischen Masse und OPV wurde je ein Kondensator mit $C = 1 \mu\text{F}$ geschaltet, um etwaige Störungen durch die Kabellänge zwischen Quelle und OPV zu filtern.

Das nach dem OPV verstärkte Signal wird auf den $IN+$ Eingang des Lock-In Ver-

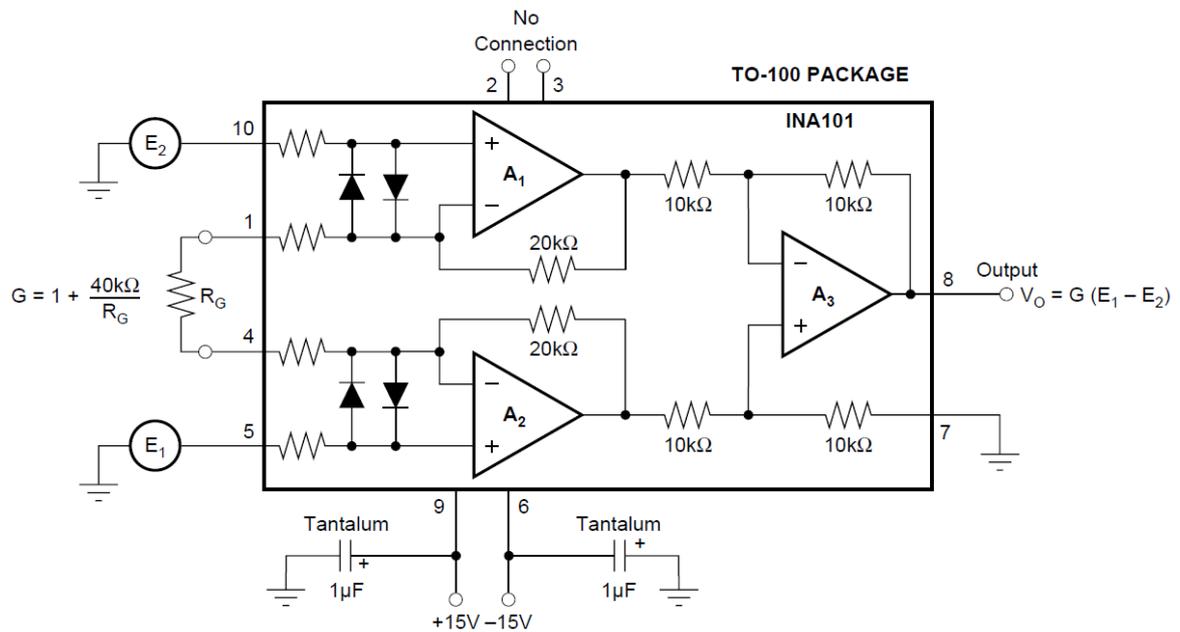


Abbildung 4.4: Verwendeter Schaltplan des INA101 (Entnommen aus [BB98]).

stärkers gegeben. Dieses kann in der Steuersoftware in polaren als auch in kartesischen Koordinaten betrachtet werden und zusätzlich noch auf einem softwaregesteuerten Oszilloskop. Um ein mögliches 50 Hz-Brummen zu unterdrücken, wurden alle Geräte auf den Masseneingang des HF2LI gelegt.

Ergebnisse

Leider konnte mit diesem ersten Prototyp an Luft keine Resonanzfrequenz gefunden werden. Interessanterweise konnte auf dem internen Oszilloskop ein passendes Sinussignal beobachtet werden. Der *frequency sweep* ähnelte jedoch einem weißen Rauschen. Als Fehlerquellen mussten ausgeschlossen werden, dass neben einer möglichen fehlerhaften Kontaktierung der Heizstreifen falsch angesteuert wird, es keine Potentialunterschiede gibt, der Vorverstärker richtig funktioniert und die Stromversorgung der Brückenschaltung korrekt ist. Da die Kontaktierung und Funktionsfähigkeit des Vorverstärkers in der Elektronikwerkstatt geprüft wurden, konnte dieser Punkt ausgeschlossen werden. Um Potentialunterschiede auszugleichen, wurde sehr genau darauf geachtet, dass wirklich alle Geräte auf die gleiche Masse gelegt wurden. Als erstes Problem wurde schnell klar, dass das Sinussignal des HF2LI durch einen Offset entweder komplett oberhalb oder unterhalb der Nulllinie liegen muss, da die Temperaturänderung am Heizstreifen unabhängig davon ist, ob +100 mV oder -100 mV angelegt werden. Allerdings war dies nicht

der Hauptfehler. Durch eine fehlerhafte Beschaltung der Messbrücke wurde bei jedem eingesetzten Sensor eine Kontaktbahn durch eine zu hohe Spannung zerstört. Der Fehler bestand darin, dass nicht an beiden Polen ein Widerstand eingebaut wurde, sondern nur bei einem von Beiden. Die Arbeiten an diesem Prototyp wurden aufgrund der Anschaffung des μ Moduls, welches im folgenden Abschnitt genauer beschrieben wird, nicht mehr weitergeführt. Allerdings waren die gewonnenen Erfahrungen sehr förderlich für die weiteren Aufbauten.

4.2.2 Prototyp mit μ Modul

In diesem Schritt wurde der Aufbau komplett umgebaut. Der Sensorchip und der Halter wurden gegen eine Version der Firma *nano analytik GmbH* ausgetauscht (siehe Abbildung 4.5), des Weiteren ersetzte das μ Modul (siehe Abbildung 4.6) den Vorverstärker und die Stromversorgung der Messbrücke.

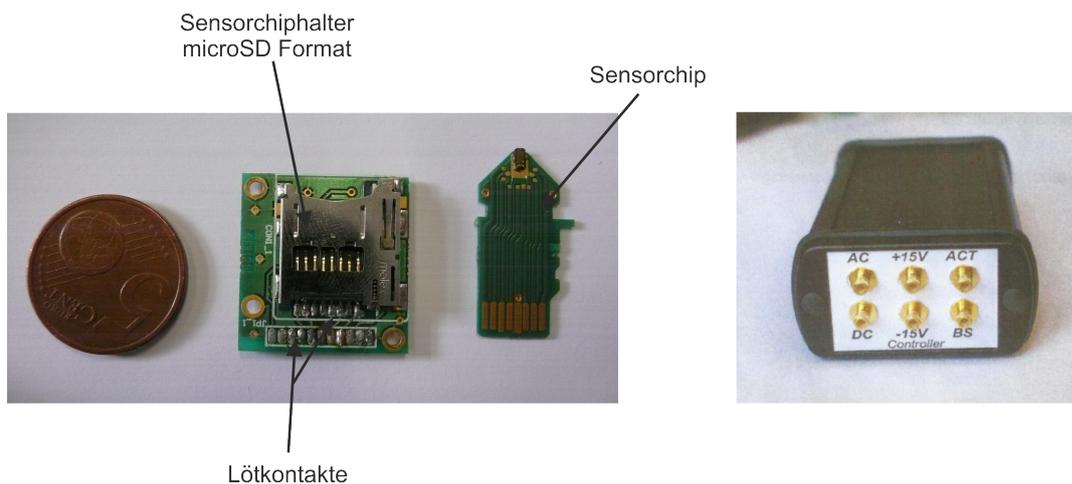


Abbildung 4.5: Sensorchiphalter und Sensorchip sowie die Vorderansicht des μ Moduls der Firma *nano analytik GmbH*.

Als Haltevorrichtung wurde ein microSD-Halter verwendet und das Format der Sensorchips wurden passend für diese Halterung entwickelt. Ansonsten bleibt das Prinzip zu dem beschriebenen in Abschnitt 4.2.1 gleich. Der Sensorchiphalter war schon zu Beginn passend für die Koaxialbuchsen im Format SMB verkabelt. Alle Massenanschlüsse wurden dabei auf die Abschirmung der Koaxialkabel gelegt.

Da das μ Modul ein wichtiger Bestandteil dieses Aufbaus bleiben wird, soll die Funktionsweise hier genauer erläutert werden. Zunächst wird der Anregungssignal des HF2LI über ein speziell angefertigtes Koaxialkabel mit BNC- und SMB-Stecker auf den passenden

4 Entwicklung des RKM

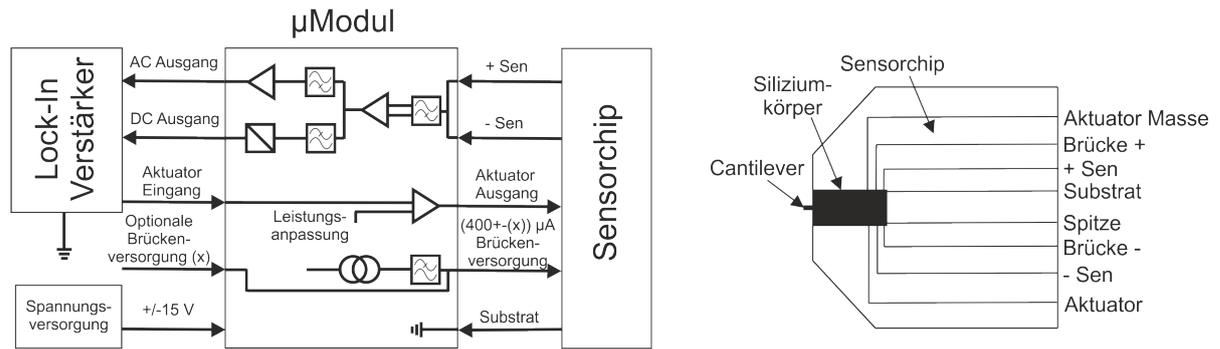


Abbildung 4.6: Links: Schematische Darstellung des Aufbaus mit dem μ Modul (Grundplan entnommen aus [nan12a]).

Rechts: Schematische Darstellung des Sensorchips und dessen Anschlüsse.

Eingang des Moduls gegeben. Dieses Signal wird in dem μ Modul über die sogenannte *Leistungsanpassung* mit einem Offset versehen und ausgegeben. Betrachtet man dieses Ausgangssignal mit einem Oszilloskop, so sieht man, dass die komplette Schwingung im negativen Bereich liegt. Es ist aber zu beachten, dass bei zu großen Signalen das Maximum der Amplitude bis in den positiven Bereich herein reichen kann. Da jedoch solche starke Anregungen nicht vorgesehen sind, sollten an dieser Stelle keine Probleme auftauchen. Die Brückenversorgung von $I_v = 400 \mu\text{A}$ wird intern in dem μ Modul über eine passende Stromquelle generiert und kann zusätzlich über eine externe, aber optionale, Versorgung erweitert werden. Somit kann das Signal direkt in der Brücke zusätzlich verstärkt werden, wie in Abschnitt 3.3.1 beschrieben wurde. Das μ Modul kann weiterhin mit der gleichen Spannungsquelle wie schon zuvor der OPV versorgt werden. Das Messsignal aus der Brückenschaltung durchläuft nach den Eingängen sen_{\pm} als erstes einen Hochpassfilter, um den DC-Anteil der Messbrücke herauszufiltern, da dieser nicht mit verstärkt werden soll. Das gefilterte Signal wird dann durch eine Schaltung aus zwei Differenzverstärkern insgesamt um den Faktor $G = 2600$ verstärkt und für den Lock-In Verstärker ausgegeben. Zusätzlich existiert noch ein DC-Ausgang für Messungen im *Kontakt-Modus*.

Ergebnisse

Da keine genauen Informationen über die Position der Resonanzfrequenz vorhanden waren wurde ein *frequency sweep* von $0,5 \leq f \leq 100$ kHz durchgeführt (siehe Abbildung 4.7 a)). Die Resonanzfrequenz ist sehr deutlich anhand des steilen Anstiegs in der Amplitude als auch durch den Sprung in der Phase zu erkennen. Es wurde ein weiterer *sweep* im Bereich der gefundenen Resonanzfrequenz gemacht, um diese besser auflösen zu können (siehe Abbildung 4.7 b)). In der Steuersoftware des Lock-In Verstärkers HF2LI konnte mit Hilfe des *Cursor-Tools* der genaue Wert der Resonanzfrequenz ausgelesen werden, um diese dann gezielt in der Software anzusteuern. Während bei allen anderen Frequenzen im internen Oszilloskop eher ein Rauschen zu erkennen war, konnte man im Fall der Resonanz ein deutliches Signal erkennen. Diese Ergebnisse werden in Abbildung 4.8 dargestellt.

Leider musste festgestellt werden, dass das erreichte Resonanzverhalten (siehe 4.7) nicht zufriedenstellend ist. Es lässt sich erkennen, dass die Resonanzkurve nicht sehr symmetrisch ist, es fällt besonders stark die Form der Phasenverschiebung auf. Diese sollte zum einen bei $\phi = 180^\circ$ liegen und eher dem in Abbildung 3.11 gezeigten Verlauf folgen. Die Phasenverschiebung in diesem Fall liegt bei ca. $\phi = 90^\circ$. Bei der Suche nach möglichen Fehlerquellen wurde ein Oszilloskop an verschiedenen Positionen angeschlossen, um das AC- und DC-Signal auszulesen. Dabei ist aufgefallen, dass ein relativ großer Offset vor und nach dem μ Modul zu sehen war. Dieser sollte zwar durch die verschiedenen Filter im HF2LI aufgehoben werden und keine Probleme verursachen, allerdings ließ dies dennoch auf ein Massenproblem schließen. Durch Informationen der Firma *Zurich Instruments* hat sich herausgestellt, dass die USB-Verbindung zum Computer oft ein Massenproblem hervorruft. Da sich der USB-Anschluss auf der Rückseite des Gerätes befindet und die relevanten BNC-Buchsen auf der Vorderseite montiert sind, kann es zu Potentialunterschieden kommen, welche durch den angeschlossenen Computer hervorgerufen werden. Um dieses Problem zu lösen, wurde die Abschirmung eines BNC-Anschlusses auf der Rückseite durch ein Kabel mit Krokodilklemme mit der BNC-Abschirmung auf der vorderen Seite verbunden. Dies hat tatsächlich zu einer Reduzierung des DC-Anteils geführt. Allerdings konnte dies nicht zu einer wesentlichen Verbesserung des Resonanzsignals führen.

Nach einer Absprache mit der Firma *nano analytik GmbH* wurde beschlossen, einen zusätzlichen Vorverstärker in kürzestem Abstand hinter der Messbrücke zu installieren. Es wurde die Erfahrung gemacht, dass bei einem zu großem Abstand zwischen Messbrücke und dem μ Modul Störsignale aufgenommen werden können (z.B. durch größere Kabel-

4 Entwicklung des RKM

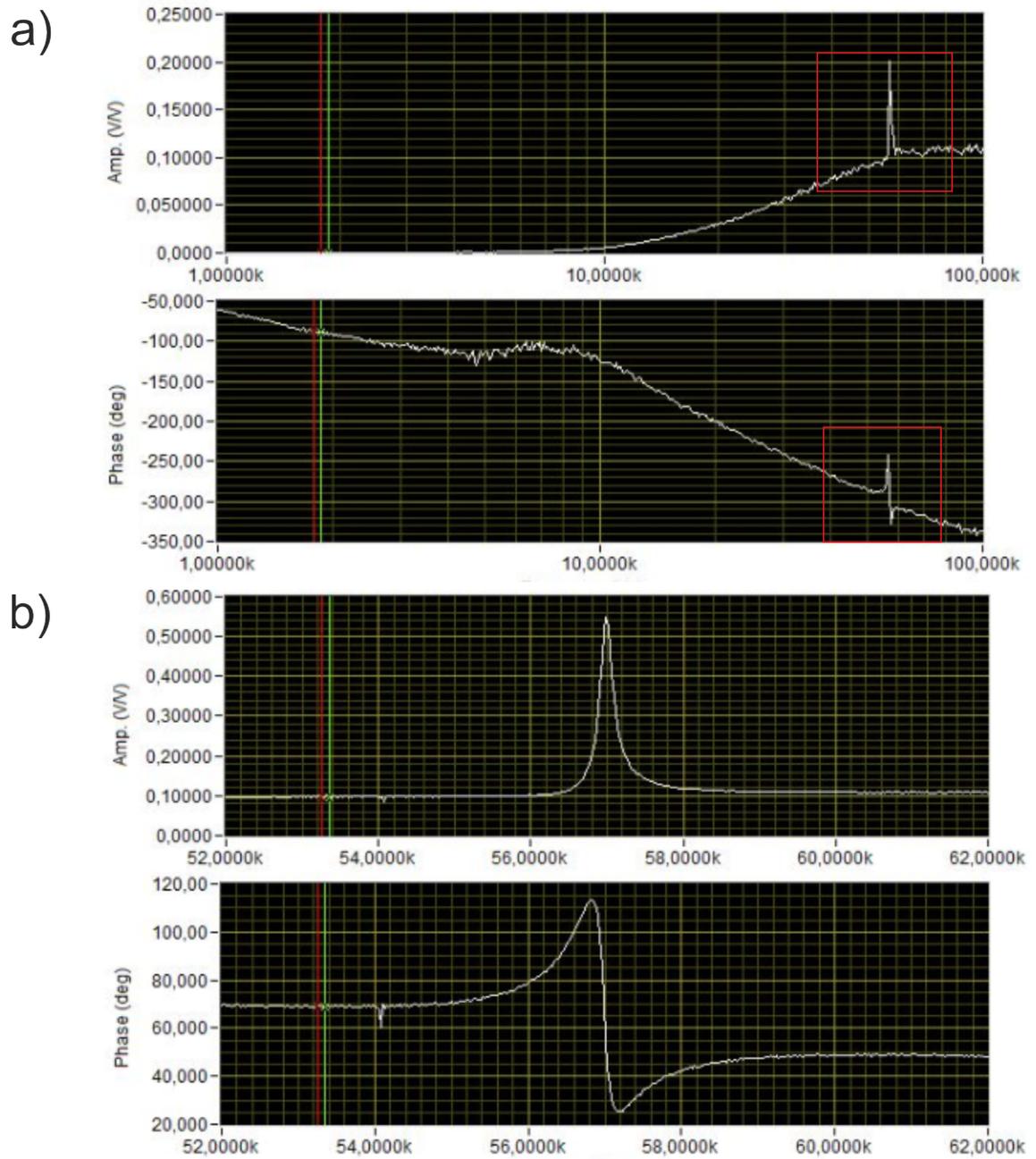


Abbildung 4.7: Oben: Übersichtssweep der Amplitude und Phase von $0,5 \leq f \leq 100$ kHz bei einer Anregung von $A_{AC} = 300$ mV und einem Offsetsignal von $A_{DC} = 100$ mV. Unten: Sweep der Amplitude und Phase im Bereich der Resonanzfrequenz bei gleichen Einstellungen.

längen), welche dann ebenfalls mitverstärkt werden. Der zusätzliche Verstärker soll das eigentliche Signal deshalb vorverstärken, sodass die Störsignale dazu relativ klein sind und somit einen geringeren Einfluss haben.

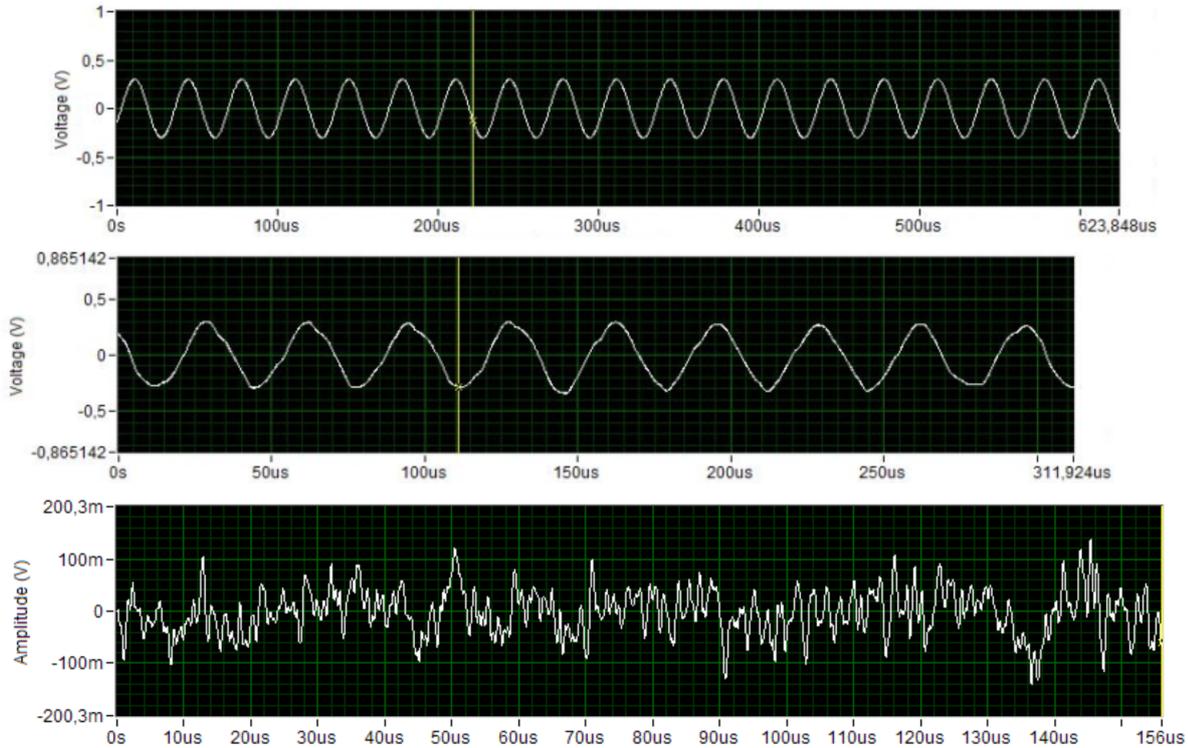


Abbildung 4.8: Oben: Sinussignal des HF2LI bei eingestellter Resonanzfrequenz.

Mitte: Messsignal am HF2LI Eingang in Resonanz.

Unten: Messsignal am HF2LI Eingang bei $\frac{f_0}{2}$.

4.2.3 Prototyp mit μ Modul und Vorverstärker

Aufgrund der Erkenntnisse aus dem vorherigen Aufbau wurde bei der Firma *nano analytik GmbH* eine neue Sensorchipalterung mit integriertem Vorverstärker (siehe Abbildung 4.9) bestellt. Der neue Sensorchipalterer ist nahezu baugleich mit dem vorherigen. Er wurde nur durch einen auf der Rückseite verlöteten OPV, passenden Widerständen, um zwischen einer Vorverstärkung von 10 oder 100 wechseln zu können und passenden Kondensatoren zur Glättung der Versorgungsspannung erweitert. Die Schaltung wurde so umgelötet, dass nur noch die untere Kontaktreihe (siehe Abbildung 4.9) kontaktiert werden muss.

Bei dem Operationsverstärker handelt es sich um einen AD8253, welcher dem INA101 relativ ähnlich ist. In Hinsicht auf die *step response* ist er dem INA101 sogar überlegen.

4 Entwicklung des RKM

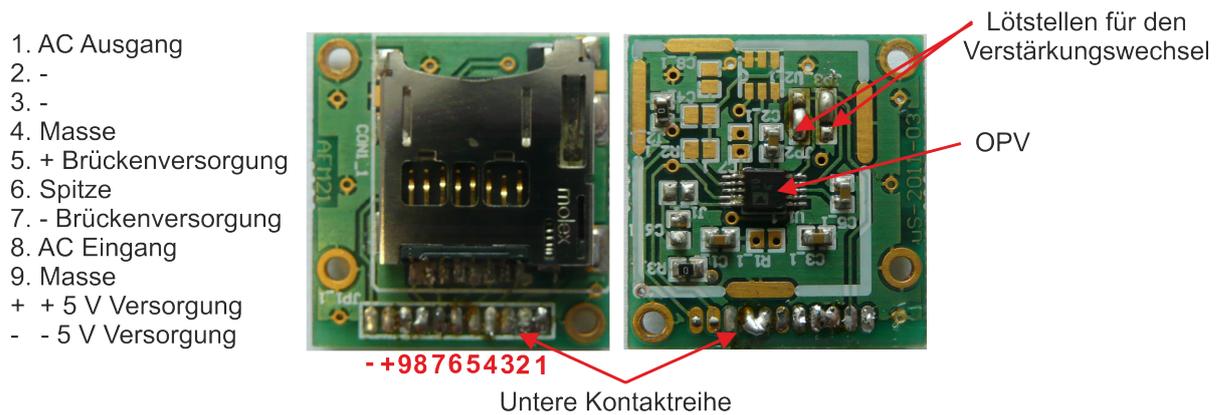


Abbildung 4.9: Links: Unveränderter Aufbau von oben mit Kontaktbeschreibung.
Rechts: Neu eingebauter OPV mit angepasster Verschaltung.

Da $\pm sen$ bei diesem Setup auf die Eingänge $\pm In$ des AD8253 gelegt werden, wird das verstärkte Ausgangssignal des OPV auf den $+sen$ -Eingang des μ Moduls gelegt. Der $-sen$ -Eingang wird durch einen Stecker, welcher die Seele mit der Abschirmung verbindet, auf Masse gelegt. Da bei diesem Sensorchiphalter keine Verkabelung vorhanden war musste diese neu angelötet werden. Zusätzlich musste eine Spannungsversorgung von $U_v = \pm 5 V$ für den OPV bereitgestellt werden. Diese wurde von der $U_v = \pm 15 V$ Versorgung separat durch eine Zener-Diode auf $\pm 5 V$ begrenzt. Der restliche Aufbau blieb unverändert.

Ergebnisse

Zunächst konnte keine Resonanzfrequenz gefunden werden. Da nach ausgiebiger Prüfung der Verkabelung kein Fehler gefunden werden konnte, wurde das Signal mit einem Oszilloskop direkt hinter dem ersten Vorverstärker ausgelesen. Es wurde zuvor die Erfahrung gemacht, dass sich das Sinussignal in Resonanz deutlich von dem Rauschen neben der Resonanz hervorhebt. Durch einen langsamen *frequency sweep* konnte ein deutliches, wenn auch ein verrauschtes, Sinussignal an der Stelle der Resonanzfrequenz beobachtet werden. Der Aufbau schien also bis zu diesem Punkt funktionsfähig zu sein. Eine mögliche Erklärung für das Problem war es, dass die Vorverstärkung um den Faktor 100 vor dem μ Modul zu groß ist und man somit in die Sättigung gelangt. Deshalb wurde die Vorverstärkung auf $G = 10$ reduziert. Allerdings konnte auch nach der Reduzierung kein Signal am Lock-In Verstärker empfangen werden. Somit wurde die Vorverstärkung im μ Modul durch die Firma *nano analytik GmbH* zusätzlich um den Faktor 10 herabgesetzt. Damit wurde wieder die alte Gesamtverstärkung von $G = 2600$ erreicht. Es war nun erneut möglich die Resonanzfrequenz zu finden (siehe Abbildung 4.10). Dieses

Ergebnis ist zufriedenstellend, da es den schon beschriebenen Erwartungen entspricht.

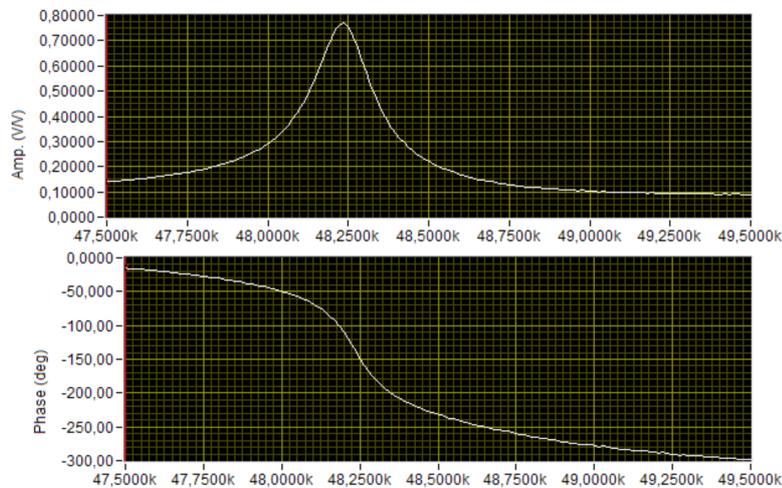


Abbildung 4.10: Amplitude und Phasenverschiebung mit zusätzlichem Vorverstärker und einer Güte von $Q \approx 500$.

4.3 RKM-Aufbau an Luft

Nachdem sichergestellt werden konnte, dass das Anregen und Auslesen des Cantilevers hinreichend gut funktioniert, wurde der Aufbau zu einem kompletten Rasterkraftmikroskop erweitert. Dieses sollte zunächst bei Atmosphärendruck aufgebaut werden. Die Haupterweiterungen lagen im Bereich des Annäherungsverfahrens, dem Ausbau der Schwingungsdämpfung und der Ausrichtung des Cantilevers zur Probenoberfläche. Als Resultat dieser Erweiterungen können erste Messungen und Bildaufnahmen vorgestellt werden.

4.3.1 Erster Aufbau

Um das RKM unempfindlich gegenüber diversen mechanische Schwingungen (Gebäudeschwingungen, Störungen durch Personen, Schallwellen usw.) zu machen, wurde die durch vier Federn gedämpfte Grundplatte zusätzlich gedämpft. Zunächst wurde das Gestell, in dem der DN150CF Flansch eingehängt werden kann, auf eine Luftdämpfung platziert. Diese bestand zunächst aus einem mit Luft aufgepumpten Reifenschlauch, welcher durch zwei passend eingefräste Holzringe von beiden Seiten umschlossen wurde. Diese durften sich allerdings nicht berühren. Auf den Schlauch wurde nun eine möglichst schwere Betonplatte platziert. Diese Dämpfung ist besonders gut geeignet für Frequen-

4 Entwicklung des RKM

zen im Bereich von 0,5 Hz. Bei der Federdämpfung wurden Vitonschläuche in die Federn eingeflochten um zu verhindern, dass Schallwellen sich als Störung entlang der Federn bewegen können. Diese Federn dämpfen Schwingungen oberhalb von 2 Hz ab. Zuletzt wurde auf der Grundplatte ein weiteres Dämpfungssystem installiert. Es besteht aus einer abwechselnden Kombination aus vier Vitonschlauchstücken und einer Metallplatte. In die Grundplatte und in den insgesamt vier Metallplatten wurden jeweils vier Kerben eingefräst. In diese Kerben konnte dann je ein Stück des Vitons eingelegt werden. Diese Anordnung ist relativ robust gegen mechanische Einwirkungen von der Seite. Außerdem wurde jede Dämpfungsplatte in einer anderen Schichtdicke hergestellt. Somit werden Frequenzen oberhalb von 30 Hz gedämpft. Die Komponenten wurden auch im Hinblick auf eine UHV-Kompatibilität ausgewählt. Dieser Aufbau ist in Abbildung 4.11 zu sehen.

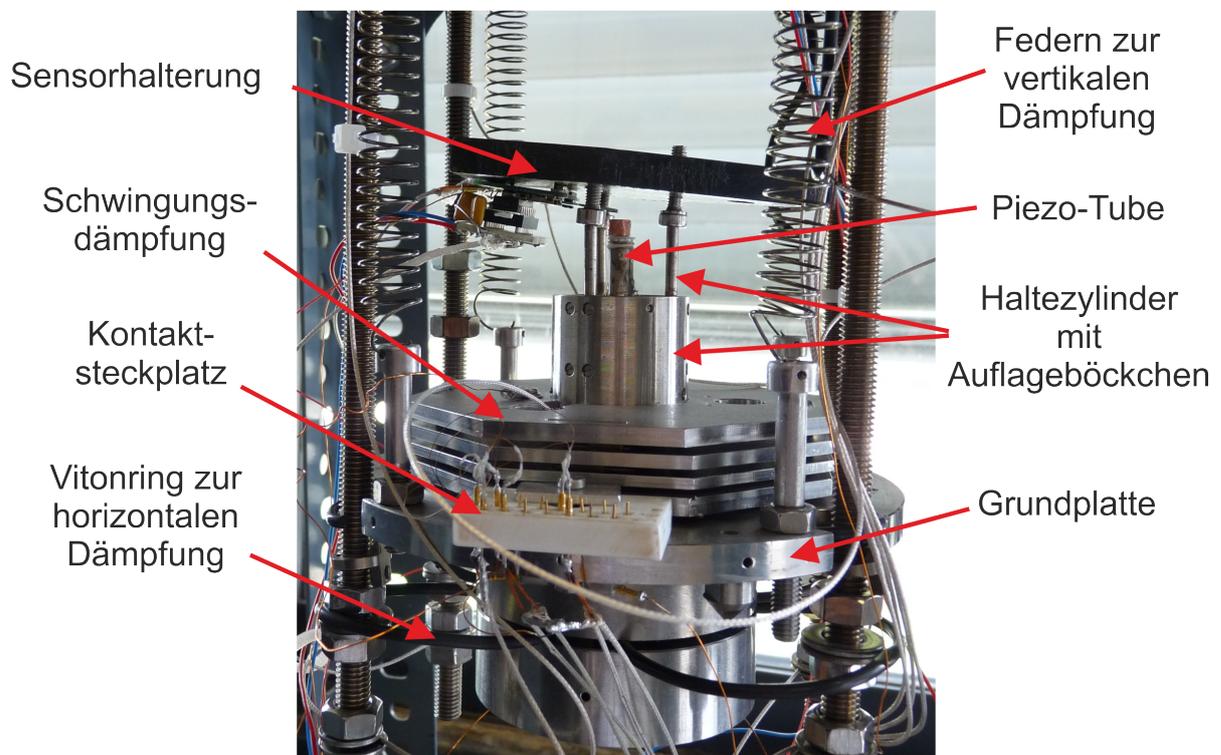


Abbildung 4.11: Experimenteller Aufbau

Des Weiteren wurden drei M4 Gewinde in die Grundplatte geschnitten, um die Befestigungsstangen für einen *Abstreifring* einschrauben zu können. Durch diesen *Abstreifring* wird das Abkoppeln des Probenhalters vom Manipulator unterstützt. Die Dämpfungsplatten mussten ebenfalls an den passenden Stellen mit drei Bohrungen in einem ausreichenden Durchmesser versehen werden, damit die Halterungsstangen gut hindurch-

passen. Diese dürfen nicht in Kontakt mit den Dämpfungsplatten geraten, da sie sonst einen Kurzschluss der Dämpfung verursachen. Auf den Dämpfungsplatten wird das Annäherungssystem, welches in einem Haltezylinder installiert ist, aufgebaut. Es musste an dieser Stelle auf die Höhe des Aufbaus geachtet werden, da die Endversion in eine UHV-Kammer eingebaut werden sollte und diese nicht die Transferstangen der UHV-Kammer blockieren darf. Aus diesem Grund wurde der Haltezylinder in das Schwingungssystem eingelassen. Jede Platte wurde dabei mit einer runden Ausfräsung in seiner Mitte versehen. Die Ausfräsung der obersten Platte ist genau passend zum Durchmesser des Haltezylinders, welcher dann an drei Stellen mit der Platte verschweißt wurde. Die Durchmesser der restlichen drei Ausfräsungen sind größer gewählt worden, um ebenfalls einen Schwingungskurzschluss auszuschließen. Um auch eine Dämpfung in horizontaler Richtung zu gewährleisten, sind vier Vitonringe an der Grundplatte installiert, welche über vier parallel zu den Federn laufende Gewindestangen gespannt werden.

Wie schon in der Einleitung zu diesem Kapitel erwähnt wurde, konnte der Haltezylinder aus dem Bestand übernommen werden. Dieser war bereits genau passend für den Einbau des Linearmotors vorbereitet. Auf eine Auflagefläche am Linearmotor konnte dann der Piezo-Tube mit UHV-tauglichem Kleber verklebt werden. Zuvor musste dieser allerdings mit sehr dünnen Drähten (0,1 mm), welche nur wenig Schwingungen übertragen, kontaktiert werden. Da sich nur sehr schlecht auf den Kontaktflächen des Piezo-Tubes löten lässt und zu hohe Temperaturen schädlich sind (siehe Abschnitt 3.2.1), wurde ein UHV-tauglicher Silberleitkleber *Epoxy Technology, Inc.* zur Kontaktierung der fünf Segmente verwendet. Der restliche Aufbau des Piezo-Tubes wurde schon in Abschnitt 3.2.1 beschrieben. Die verwendeten Drähte sind zum Schutz vor Kurzschlüssen mit Kapton beschichtet und sind ebenfalls UHV-tauglich. Um Schwingungsübertragungen zu minimieren, wurde ein Steckplatz aus Macor und vergoldeten Kontaktstecker auf der Grundplatte verschraubt. Dieser ist ebenfalls UHV-tauglich. Die Drähte, die an ihrem Ende mit einem Goldstecker verlötet wurden, können an diesem Steckplatz mit abgeschirmten Kabeln verbunden werden.

Im nächsten Schritt wurde der Sensor platziert. In der geplanten Endausbaustufe sitzt dieser zentral auf dem Piezo-Tube und die Spitze rastert die darüber liegende Probenoberfläche ab. Dies ist allerdings durch die Geometrie des Sensorchips und des Halterungssystems nicht möglich. Als Alternative besteht die Möglichkeit, die Probe auf dem Piezo-Tube zu platzieren und den Sensor oberhalb zu installieren. Diese Alternative

kann allerdings nur Übergangsweise genutzt werden, da es so nicht möglich ist in der UHV-Kammer eine Probe von außen in das UHV einzuschleusen und zu platzieren. Für diese Anordnung musste eine passende Halterung hergestellt werden. Sie wurde aus einem einfachen Stück Plastik geschnitten (siehe Abbildung 4.12).

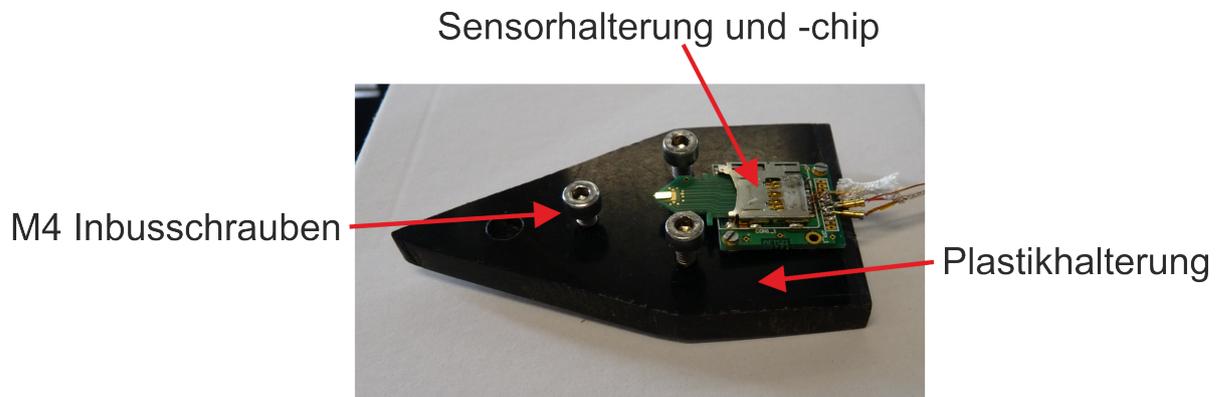


Abbildung 4.12: Halterung des Sensorchiphalters mit M4 Inbusschrauben zur Befestigung.

In diesen Plastikhalter wurden, passend für die drei Auflageböckchen, drei M4 Gewinde geschnitten und M4 Inbusschrauben eingesetzt. Das Mitnahmeprofil im Schraubenkopf passt ganz genau auf die Auflageböckchen und gewährleistet einen guten Halt. Ein Vorteil an dieser Halterung ist es, dass der Abstand zwischen Probenoberfläche und Sensor vorjustiert werden kann. Dies ermöglicht auch das Untersuchen von verhältnismäßig hohen Proben. Zudem besteht die Möglichkeit den Sensor in einem vordefinierten Winkel zur Probenoberfläche anzustellen. Ein Anstellwinkel von 10° wird dabei vom Hersteller empfohlen. Der Sensorchiphalter wurde an seinen vordefinierten Befestigungsstellen mit dem Plastikhalter verschraubt. Die Position wurde so gewählt, dass der Sensor mittig zwischen den drei Inbusschrauben ausgerichtet ist. Somit zeigt die Spitze des Sensors auf die Mitte des Piezo-Tubes. Um das RKM in Betrieb nehmen zu können, musste anschließend noch die Steuerelektronik angeschlossen werden.

Regelkreislauf

Um die genaue Verschaltung der Elektronik zu erklären, soll zur Veranschaulichung der Regelkreislauf beschrieben werden.

Als erstes wird, wie in Abschnitt 4.2.2 beschrieben, die Resonanzfrequenz gesucht und angesteuert. Der nächste große Schritt besteht nun darin, die Probe, welche auf dem Piezo-Tube liegt, an die Spitze anzunähern. Dazu wird ein Regelsignal und ein Setpoint, also der Punkt an dem das Annäherungsverfahren stoppen soll, benötigt. Als Regelsi-

gnal wurde in der Software des HF2LI das R-Signal (polare Koordinaten) auf einen der vier Aux-Ausgänge gegeben. Dieses wurde mit dem Eingang für den ehemaligen Tunnelstrom der STM-Elektronik verbunden. In der STM/AFM-Steuersoftware musste ein Umrechnungsfaktor eingestellt werden. Dieser wurde auf den Wert 10^{-8} gesetzt. Somit entsprechen 10 mV aus dem Aux-Ausgang dem Wert $1 \cdot 10^{-10}$ in der Steuersoftware. Da die Steuersoftware und die Elektronik für einen Tunnelstrom ausgelegt ist und dieser bei der Annäherung kurz vor der Oberfläche exponentiell ansteigt, musste der Eingang von einer logarithmischen auf eine lineare Skalierung umgestellt werden. Es ist außerdem zu beachten, dass bei der Annäherung in der Rasterkraftmikroskopie das Regelsignal kleiner wird, wie in Abschnitt 3.4.2 beschrieben wurde. Das Regelsignal musste somit in der HF2LI Software modifiziert werden. Dazu wurde das Signal invertiert und dann auf Null gesetzt. Dies lässt sich über einen Offset steuern. In diesem Fall ist das Regelsignal gleich Null solange der Cantilever frei schwingt (grüner Kreislauf in Abbildung 4.13) und es vergrößert sich, sobald es durch die in Abschnitt 2.1 beschriebenen Kräfte beeinflusst wird (in Abbildung 4.13 mit rot gekennzeichnet).

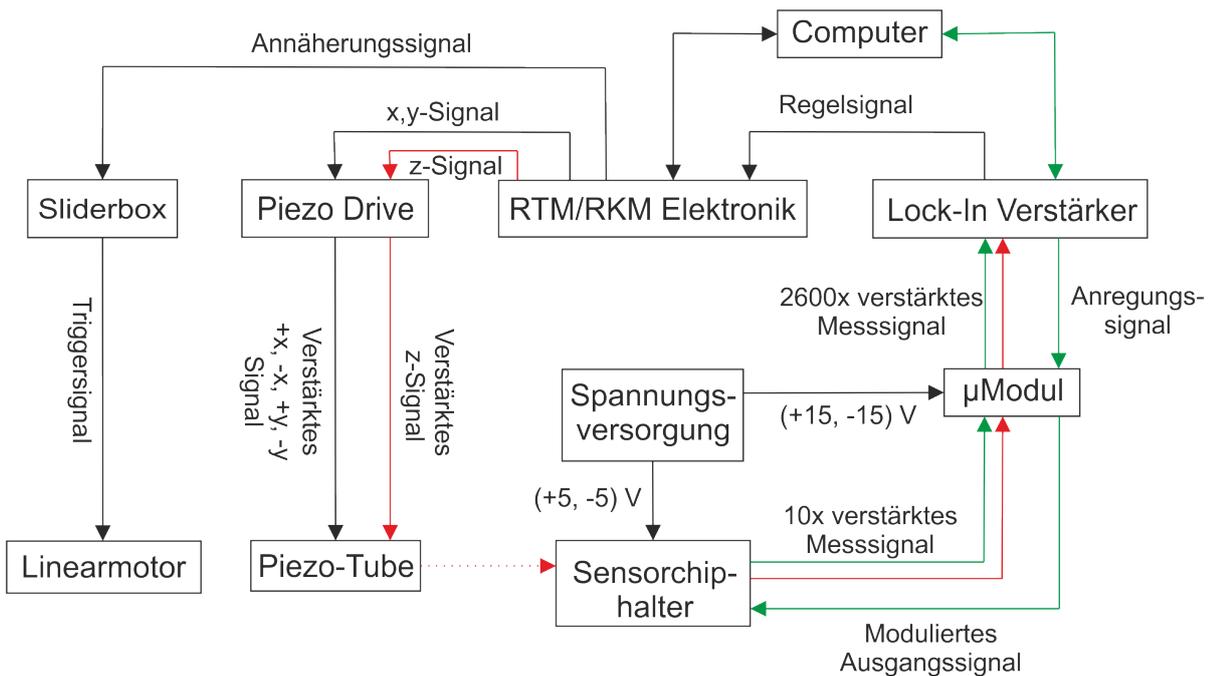


Abbildung 4.13: Schematische Darstellung des verwendeten Regelkreislaufes.

In der STM/AFM-Software kann nun der Setpoint eingestellt werden. Dieser Wert entspricht dabei der Abnahme der Amplitude. Startet man das Annäherungsverfahren, so prüft die STM-Steuerelektronik, ob das Regelsignal dem Setpoint entspricht. Falls dies nicht der Fall ist, wird der Piezo-Tube maximal in z-Richtung vorgeschoben (ca. 400 nm).

4 Entwicklung des RKM

Kann der Setpoint nicht erreicht werden, so wird als erstes der Piezo-Tube zurück gezogen und dann ein Signal an die Sliderbox geschickt. Diese gibt ein Pulssignal an den Linearmotor und lässt ihn einen Schritt vorrücken (ca. 200 nm). Nun wird wieder der Piezo-Tube vorgeschoben und der Regelwert mit dem Setpoint verglichen. Dies geschieht solange abwechselnd bis der Setpoint erreicht wird.

Nun muss einer der verschiedenen Betriebsmodi ausgewählt werden, welche bereits in Abschnitt 3.4 beschrieben wurden. Für den Rasterprozess in x -, y -Richtung müssen in der STM/AFM-Software die Parameter Auflösung, Scanbereich und Scangeschwindigkeit vorgegeben werden. Mit diesen Informationen wird aus der STM-Steuerelektronik ein Signal an den PiezoDrive gegeben, welcher dieses bis auf ± 150 V verstärken kann. Um den Scanbereich festzulegen, musste zunächst eine Eichmessung durchgeführt werden. Dies wird in Abschnitt 4.3.2 beschrieben.

Erste Annäherung

Um den beschriebenen Regelkreislauf zu testen, sollte die Spitze an eine flache Keramikprobe angenähert werden. Diese besitzt eine grob strukturierte Oberfläche und ist relativ hart. Harte Oberflächen lassen sich leichter untersuchen, da die Spitze bei einer Berührung mit der Oberfläche nicht direkt haften bleibt, so wie es bei einer weichen Oberfläche der Fall wäre. Die Keramikprobe sowie auch alle weiteren Proben wurden mit doppelseitigem Klebeband auf einer Metallpille verklebt. Als Leitwert sollte der Setpoint auf $A_{\text{set}} = 0,8 \cdot A_{\text{amp}}$ gesetzt werden. An diesem Punkt sollte es laut Informationen der *nano analytik GmbH* möglich sein, eine erfolgreiche Bildaufnahme durchzuführen und zumindest grob die Struktur der Keramikoberfläche abzubilden.

Die Annäherung an die Probenoberfläche verlief zunächst problemlos. Die STM/AFM-Software gibt durch einen Ton den Abschluss der Annäherung an. Allerdings wird die Auslenkung in z -Richtung komplett zurückgezogen und muss in der Software durch einen Regelschieber auf den gewünschten Wert eingestellt werden. Von diesem Punkt aus sollte mit Hilfestellung der *nano analytik GmbH* ein erstes Bild aufgenommen werden. Leider war dieser Versuch erfolglos. Nachdem die Bildaufnahme gestartet wurde, folgte das Signal einer Schwingung, welche sich von Zeile zu Zeile wiederholt hat (siehe Abbildung 4.14). Es sei erwähnt, dass zu diesem Zeitpunkt noch keine Vorstellung der richtigen Regelparameter vorhanden war. Es wurde allerdings von der *nano analytik GmbH* empfohlen, den Piezo-Tube auf dessen richtige Kontaktierung und auch dessen Funktionsfähigkeit zu überprüfen.

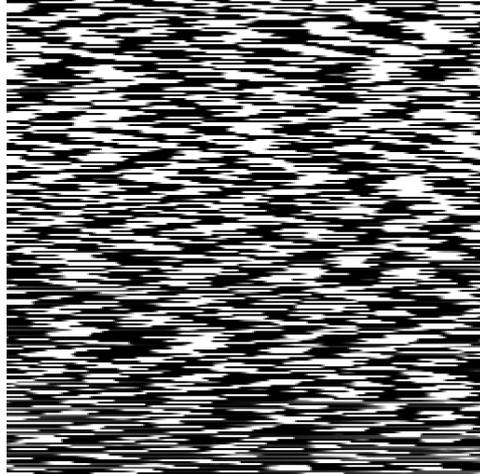


Abbildung 4.14: Verrauschte Bildaufnahme ohne Feedback der Oberfläche.

Um die Kontaktierung des Piezo-Tube zu überprüfen, konnte die Kapazität zwischen den einzelnen Segmenten und dem Massering gemessen werden. Diese sollte im Bereich von $C \approx 1 \text{ nF}$ liegen. Dies konnte auch bestätigt werden. Für den Test der Funktionsfähigkeit des Piezo-Tubes wurde der Aufbau in ein Rastertunnelmikroskop umgebaut.

4.3.2 Temporärer Umbau zum RTM

Da es in der Arbeitsgruppe ein sehr hohes Erfahrungspotential im Bezug auf die Verwendung als auch den Aufbau von Rastertunnelmikroskopen gibt, konnte dieser Umbau sehr schnell und problemlos durchgeführt werden. Bei dieser Gelegenheit konnte auch direkt eine Eichung des x -, y -Bereichs wie auch des z -Bereichs durchgeführt werden.

Der Umbau war sehr simpel, da die komplette Elektronik bis auf einen Vorverstärker bereits aufgebaut war. Es wurde lediglich eine Spitzenhalterung, welche in dieser Arbeitsgruppe verwendet wird, auf den Piezo-Tube geklebt. Als Spitze wurde ein Wolframdraht genutzt, welcher an einem Ende zu einer Spitze geätzt wurde. Der Spitzenhalter wurde aus Gründen der Schwingungsdämpfung mit einem dünnen Draht verlötet. Dieser Draht wurde mit dem Vorverstärker eines RTM verbunden.

Von diesem Vorverstärker wird das Signal über ein BNC-Kabel in den Tunnelstromeingang der STM-Elektronik gegeben. Die Proben wurden mit einem Magneten an einer Eisenplatte befestigt und ebenfalls durch einen Draht kontaktiert. Sie konnten kopfüber auf die Auflageböckchen gelegt werden. In dieser Konfiguration wird also die Spitze gescannt. Für eine genaue Beschreibung der Funktionsweise eines Rastertunnelmikroskops sei auf [Che93] verwiesen. Als erste Probe wurde ein Stück eines Siliziumwafers

4 Entwicklung des RKM

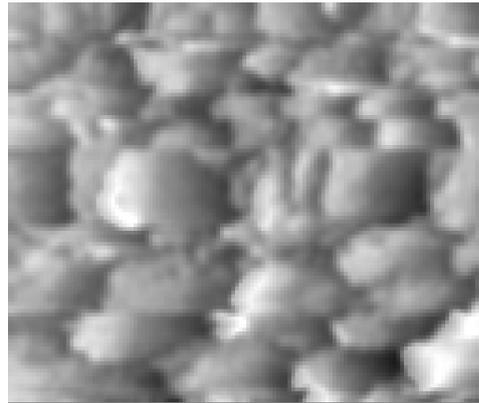


Abbildung 4.15: RTM-Aufnahme des goldbeschichteten Siliziums ohne bekannten Scanbereich.

genutzt. Da die Oberfläche des Siliziums unter Umständen zu glatt für eine erste Messung gewesen wäre, wurde diese mit Gold durch einen Sputtercoater beschichtet. Damit erhielt man eine gut leitende und strukturierte Oberfläche. Es war nun sehr schnell möglich, ein Bild von dieser Oberfläche aufzunehmen (siehe Abbildung 4.15) und es konnte nachgewiesen werden, dass der Piezo-Tube vollkommen funktionsfähig ist.

Mit diesem Aufbau wurde auch direkt eine Eichung für den x -, y -, z -Bereich durchgeführt. Dazu wurde als erstes ein Eichgitter für den x -, y -Bereich mit einer Gitterkonstanten von $G = 850$ nm verwendet (siehe Abbildung 4.16).

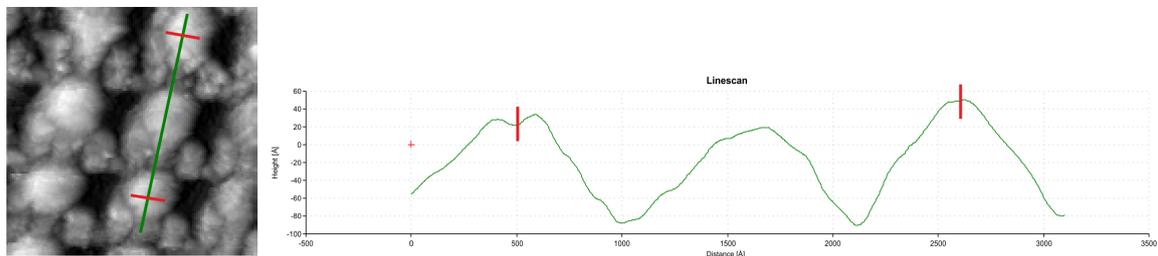


Abbildung 4.16: Links: RTM-Aufnahme des Eichgitters und Markierung (grün) für den Linescan und die Messpunkte (rot).

Rechts: Linescan über zwei Gitterabstände. Als gemessene Gitterkonstante konnte der Wert $\frac{G_{\text{line}}}{2} = 107$ nm bestimmt werden.

Der Linescan wurde über zwei Gitterabstände gemessen um den Wert mitteln zu können. Es wäre natürlich genauer über mehrere Gitterabstände zu mitteln, allerdings wurde der Scanbereich zu diesem Zeitpunkt maximal ausgereizt. Der Piezo-Tube wurde nur mit 100 V anstatt den später verwendeten 150 V betrieben. Die gemessene Gitterkonstante ist in diesem Fall um den Faktor $g_e = 7,9$ kleiner als die nominelle Gitterkonstante. Um dies auszugleichen, werden die Eichwerte in der Software mit g_e multipliziert. Für eine

exaktere Eichung müsste natürlich an verschiedenen Stellen eine Messung durchgeführt werden, um die Ergebnisse zu mitteln und einen Fehler abschätzen zu können. Da im vorliegenden Fall aber nur eine grobe Eichung vorgenommen werden sollte, um mehr Informationen über den tatsächlichen Scanbereich zu erhalten, wurde davon abgesehen. Der maximale Scanbereich liegt somit bei einer Spannung von $V = \pm 100$ V bei $\approx 2,5 \mu\text{m}$. Dieser Wert liegt sehr nahe an dem theoretisch vorhergesagtem Wert von $\approx 2,4 \mu\text{m}$ nach Gleichung 3.4.

Für die Eichung in z -Richtung wurde eine Graphitprobe verwendet. Die obersten Schichten der Graphitprobe wurden zur Präparation mit einem Streifen Tesafilm entfernt. So entstehen einige atomare Stufenkanten auf der Oberfläche. Bei der Suche nach einer geeigneten Stufenkante wurde an verschiedenen Stellen Bilder aufgenommen. Es konnten einige Kanten gefunden werden. Für die Eichmessung wurde die niedrigste Stufenkante ausgewählt. Somit sollte ausgeschlossen werden, dass eine mehrfache Stufenkante vermessen wird. Allerdings kann man nicht mit Sicherheit sagen, dass die in Abbildung 4.17 gezeigte Kante sich nicht doch über mehrere Atomlagen erstreckt.

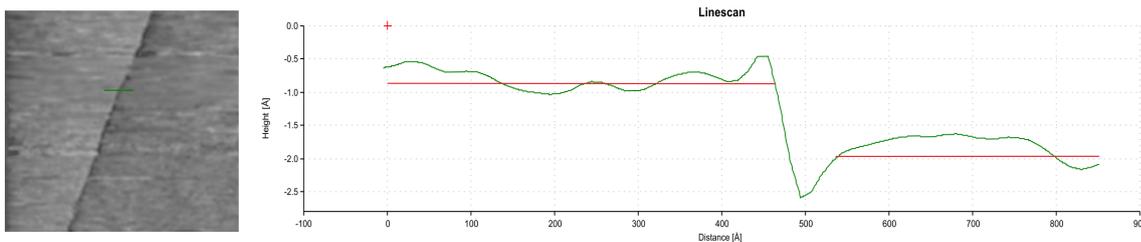


Abbildung 4.17: Links: RTM-Aufnahme einer Stufenkante von Graphen und einer Markierung (grün) für den Linescan.

Rechts: Linescan der Stufenkante. Die roten Markierungen wurden über das Rauschen vor und nach der Stufenkante gemittelt. Die Höhe der Stufenkante beträgt $h = 0,12$ nm.

Aus der Literatur [TRU75] konnte der Wert $2 \cdot h = 0,6711$ nm für die Höhe einer Stufenkante von Graphen entnommen werden. Somit musste der Eichparameter in der Software mit dem Faktor $g_e = 3$ multipliziert werden. Da diese Eichung allerdings um einen ganzzahligen Faktor größer sein könnte, müssen zunächst alle weiteren Ergebnisse mit Bedacht interpretiert werden.

Als Ergebnis ist zu sagen, dass der Umbau zum RTM sehr sinnvoll war, da mit einem geringen Aufwand nicht nur die Funktionsfähigkeit des Piezo-Tubes geprüft wurde, sondern auch eine Abschätzung der Eichung durchgeführt werden konnte. Außerdem war es möglich, einen Teil der Steuerelektronik zu überprüfen.

4.3.3 Rückbau zum RKM

Wie oben gezeigt konnte ausgeschlossen werden, dass in der Steuerelektronik oder am Piezo-Tube ein Fehler vorliegt. Deshalb sollte für die nächsten Versuche einer Bildaufnahme mit dem Rasterkraftmikroskop ein Bildmodus gewählt werden, welcher von der Ansteuerung her weniger anspruchsvoll ist. Wie in Abschnitt 3.4 beschrieben wurde sind die beiden Kontaktmodi dafür gut geeignet.

Als erstes sollte der *constant-height-mode* erprobt werden. Dazu wurde der DC-Ausgang des μ Moduls mit dem Messsignaleingang der STM-Stuerelektronik verbunden. Außerdem wurde durch ein T-Stück das Signal mit dem Eingang der Digitalanzeige an der Steuerelektronik verbunden. Es konnte ein deutliches Signal von 1,223 V gemessen werden. Dies spricht dafür, dass der Cantilever eine ausgeprägte Vorverbiegung besitzt.

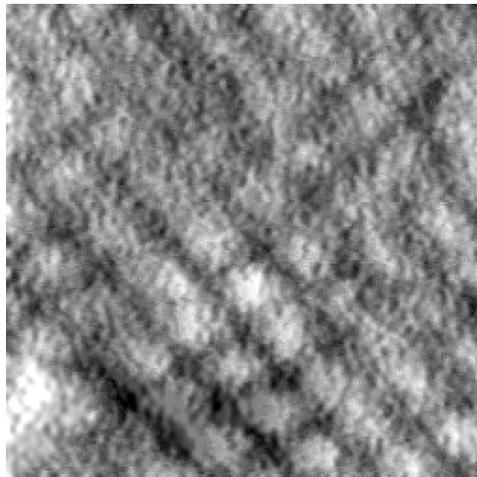


Abbildung 4.18: RKM-Aufnahme eines 160 nm Eichgitters im constant-height-mode. Scanbereich: $1,25 \mu\text{m}^2$ Scanspeed: $38\,758 \text{ \AA s}^{-1}$.

Allerdings könnte auch ein Offset des Vorverstärkers einen Anteil an diesem Signal haben. Da aber nur die Änderung der Ausgangsspannung von Belang ist, sollte ein möglicher Offset keine Auswirkungen auf das Ergebnis haben. An dieser Stelle konnte auch überprüft werden, ob Änderungen des DC-Signals vom Lock-In Verstärker eine Auswirkung auf das DC-Ausgangssignal haben. Somit wurde die Offsetspannung zwischen $100 \leq V_{\text{DC(in)}} \leq 500 \text{ mV}$ variiert. Dieser Bereich wurde von der Herstellerfirma vorgeschlagen. Es konnte dabei eine Änderung des Messsignals von $1,223 \leq V_{\text{DC(out)}} \leq 1,274 \text{ V}$ beobachtet werden. Mit Hilfe dieser Informationen wurde der Setpoint festgelegt, da man nun die Auswirkungen kleiner Auslenkungen auf das DC-Signal abschätzen konnte. Dies war sehr wichtig, da der Cantilever nicht zu stark gegen die Oberfläche gedrückt werden

darf um Beschädigungen oder sogar einen Bruch zu vermeiden. Der Setpoint wurde auf den Wert $V_{\text{set}} = 1,230 \text{ V}$ festgelegt und als Signal für den z -Anteil wurde der Eingang des Messsignals ausgewählt. Als Probe wurde ein Eichgitter mit einer Gitterkonstanten von $G = 160 \text{ nm}$ verwendet. Nun konnte die Probe, wie in Abschnitt 4.3.1 beschrieben, erfolgreich angenähert werden. Der Wert auf der Digitalanzeige war allerdings ein wenig kleiner als der eingestellte Setpoint. Er betrug $V_{\text{digi}} = 1,228 \text{ V}$.

Die ersten Versuche in diesem Modus haben sehr schnell Erfolge gezeigt. In Abbildung

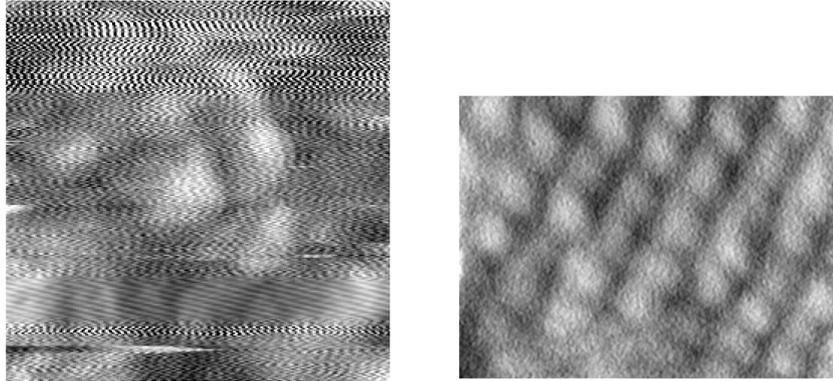


Abbildung 4.19: Links: RKM-Aufnahme mit deutlichen Schwingungen eines 160 nm Eichgitters im constant-force-mode. Scanbereich: $1,25 \mu\text{m}^2$ Scanspeed: $38\,758 \text{ \AA s}^{-1}$
 $I = -15,04 \text{ s}^{-1}$.
 Rechts: RKM-Aufnahme ohne Schwingungen eines 160 nm Eichgitters im constant-force-mode. Scanbereich: $(1,25 \times 1,00) \mu\text{m}^2$ Scanspeed: $38\,758 \text{ \AA s}^{-1}$
 $I = -0,93 \text{ s}^{-1}$.

4.18 ist ein Teil des Eichgitters zu erkennen. Das Bild weist zwar keine gute Qualität auf, allerdings ist dieser Modus auch nicht für sehr hohe Auflösungen geeignet. Aufbauend auf diesem Erfolg sollte der *constant-force-mode* erprobt werden. Wie in Abschnitt 3.4.1 beschrieben wurde, wird in diesem Modus das Regelsignal für den z -Anteil zur Bildgenerierung verwendet. In der Steuersoftware wird nun der *Topographie-Modus* ausgewählt. Der Setpoint kann in diesem Fall gleich bleiben. Neu ist hingegen, dass der z -Anteil geregelt werden muss und zwar über den I-Regler. Des Weiteren ist es in diesem Modus wichtig, Informationen über den Vorschub des Piezo-Tubes zu erhalten. Dazu wurde mit einem T-Stück das z -Signal der STM-Steuerlektronik auf ein Oszilloskop gegeben. Die Regelspannung liegt dabei im Bereich von $-10 \text{ V} \leq V_z \leq +10 \text{ V}$ und sollte mit Hilfe des z -Offsetregler auf $V_z = 0 \text{ V}$ eingestellt werden. So ist es möglich, dass der Piezo-Tube maximal vor und zurückgezogen werden kann, um einen optimalen Regelbereich zu haben.

Auch in diesem Modus konnten sehr schnell Bilder aufgenommen werden. Die größte

4 Entwicklung des RKM

Herausforderung bestand darin, den richtigen Parameter für den I-Regler und eine angemessene Scangeschwindigkeit zu finden. Ein erstes Resultat von einer Bildaufnahme mit zu schneller und mit angepasster Regelung ist in Abbildung 4.19 zu sehen. Mit diesen ersten Erfahrungen konnte nun ein Versuch gestartet werden, eine unbekannte Probenstruktur zu untersuchen. Für diesen Zweck wurde eine ungereinigte Diamantoberfläche untersucht. Ziel war es zum einen, weitere Erfahrungen im Umgang mit dem RKM zu erlangen und zum anderen mehr Informationen über das Auflösungsvermögen in x -, y - und z -Richtung zu erhalten. In Abbildung 4.20 wird ein erstes Ergebnis vorgestellt. Dabei wurde nicht nur versucht, den Parameter des I-Reglers zu optimieren, sondern auch die Scangeschwindigkeit anzupassen, um ein möglichst gutes und rauscharmes Resultat zu erhalten. Die Oberflächenstruktur erscheint durch das Bild sehr rau. Betrachtet man allerdings den Linescan, so sieht man, dass die Höhenunterschiede extrem klein sind. Die markierte Erhöhung weist gerade einmal 2,1 nm auf. Es sei an dieser Stelle noch einmal erwähnt, dass die Eichung in z -Richtung noch nicht als ganz sicher gilt. Wie ebenfalls im Linescan zu sehen ist, konnten Strukturen mit einem Durchmesser von ca. 50 nm aufgelöst werden.

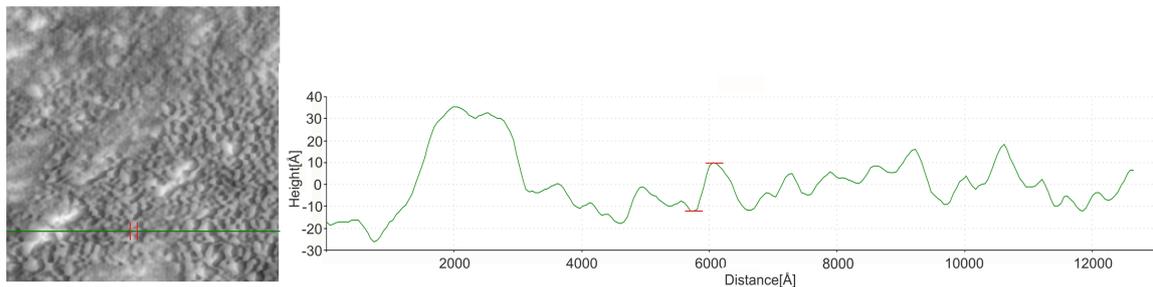


Abbildung 4.20: Links: RKM-Aufnahme mit Markierung des Linescans eines CVD gewachsenen Diamanten im constant-force-mode. Scanbereich: $1,25 \mu\text{m}^2$ Scanspeed: 9689 \AA s^{-1} $I = -0,61 \text{ s}^{-1}$.

Rechts: Linescan über die gesamte Scanbreite.

Diese Ergebnisse konnten schon als erster wirklicher Erfolg angesehen werden. Das Auflösungsvermögen in lateraler Richtung sollte allerdings noch weiter optimiert werden.

Kraft-Abstandskurve an Luft

Der Einfluss der attraktiven und repulsiven Kräfte, welcher in Abschnitt 2.1 beschrieben wurde, sollte auch mit dem selbst entwickelten Aufbau nachgewiesen werden. Daher

wurde eine Kraft-Abstandskurve aufgenommen. Die Kraft-Abstandskurve wurde bereits in Abschnitt 2.2 genauer beschrieben. In der STM/AFM-Steuersoftware ist bereits für diese Messung ein Messprozedur vorgesehen.

Zunächst wurde die Spitze bis an die Oberfläche angenähert. Danach wurde die Regelung ausgeschaltet und der Piezo-Tube zog sich zurück. Der nächste Schritt bestand darin, die Koordinaten vorzugeben an der die Kraft-Abstandskurve aufgenommen werden sollte um diesen Punkt anzusteuern. Nun musste mit dem z -Offsetregler die Spitze vorsichtig an die richtige Position gebracht werden. Dabei wurde die Spitze vorsichtig vorgeschoben. Betrachtet man das DC-Messsignal, so erkennt man ab einem bestimmten Punkt, dass sich dieses Signal verringert. An dieser Stelle wurde die Spitze durch die attraktive Kraft zur Probenoberfläche hin angezogen. Nun wurde der Piezo-Tube minimal zurück geschoben und eine Messung konnte gestartet werden.

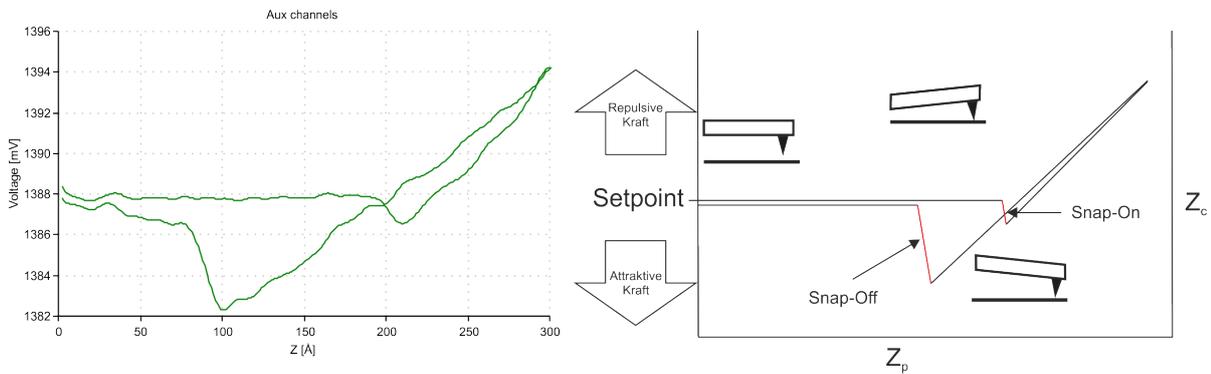


Abbildung 4.21: Links: Kraft-Abstandskurve nach *lowpass-filter*.

Rechts: Schematische Kraft-Abstandskurve.

Bei der Messung wird der Piezo-Tube vorgeschoben und nimmt dabei das Messsignal auf. Es muss dafür sowohl die Anzahl der Messpunkte vorgegeben werden, als auch die Messzeit in der das Signal gemittelt wurde (und zwar an jedem Messpunkt). Außerdem muss der Vorschub in z -Richtung vorgegeben werden und die Bedingung, dass auf dem Rückweg ebenfalls Messungen durchgeführt werden sollen.

In Abbildung 4.21 wird die Kraft-Abstandskurve von einer Siliziumoberfläche dargestellt. Zu erkennen ist eine deutliche Hysterese zwischen Hin- und Rückweg. Eine ausgeprägte Hysterese ist eher ein Anzeichen für weiche Materialien, Silizium ist allerdings sehr hart. Somit liegt die Vermutung nahe, dass die starke Hysterese durch einen Wasserfilm hervorgerufen wird. Dies lässt sich auf im Vergleich mit der Kraft-Abstandskurve unter Vakuumbedingungen in Abschnitt 4.4.2 bestätigen. Ebenfalls ist der *Snap-On* und *Snap-*

Off sehr gut zu erkennen.

Dynamischer-Modus an Luft

Nachdem erste Erfolge im Kontakt-Modus erzielt werden konnten, sollte der Dynamische-Modus weiter erprobt werden. Die Annäherung wurde, wie in Abschnitt 4.3.1 beschrieben, durchgeführt. Besonders auffällig war, dass während des Annäherungsprozesses eine stetige Reduzierung der Amplitude zu beobachten war. Anhand des Schrittzählers des Linearmotors konnte abgelesen werden, dass dieser Prozess bereits 20 Schritte vor Erreichen des Setpoints begonnen hat. Zu diesem Zeitpunkt ist die Spitze allerdings noch mehrere Mikrometer von der Probenoberfläche entfernt. Erwartet wurde allerdings eine spontane Abnahme der Amplitude im Bereich von wenigen Nanometern. Es wird vermutet, dass bei kleiner werdendem Abstand zwischen Cantilever und Probe eine Art Luftpuffer entsteht, welcher die Schwingung des Cantilevers frühzeitig dämpft. Um eine Vorstellung davon zu bekommen wie groß der Abstand zwischen der Spitze und der Probenoberfläche ist, wurde die Annäherung weiter manuell durchgeführt. Erst nach ca. 50 Schritten des Linearmotors wurde die Oberfläche erreicht. Dies zeigte sich zum einen dadurch, dass die Amplitude auf Null abgefallen ist und im *frequency sweep* keine Resonanzkurve mehr zu erkennen war. Zum anderen konnte eine Änderung des DC-Signals auf der Digitalanzeige der Steuerelektronik beobachtet werden, wie schon bei Messungen im Kontakt-Modus beobachtet wurde. Als nächster Schritt wurde der Linearmotor einen Schritt zurück gefahren und ein weiterer *frequency sweep* durchgeführt. Dieser zeigt eine extrem breite Resonanzkurve, welche nicht nur sehr schwach ausgeprägt, sondern auch sehr verrauscht ist (siehe Abbildung 4.22a)).

Diese Beobachtung konnte ebenfalls bei den nächsten sieben Schritten mit dem Linearmotor gemacht werden. Erst danach wurde die Resonanzkurve wieder ausgeprägter und eine Phasenverschiebung ist zu erkennen (siehe Abbildung 4.22b)). Eine Vermutung für dieses Verhalten war es, dass der Cantilever nicht frei schwingen konnte, also im sogenannten *tapping-modus* war. Da der Abstand zur Probenoberfläche allerdings bei acht Linearmotorschritten ca. $1,6 \mu\text{m}$ beträgt, konnte davon ausgegangen werden, dass dies nicht der Fall ist. Zudem wurde bei einem Versuch, die goldbeschichtete Siliziumprobe zu untersuchen, festgestellt, dass die Spitze bei einem Abstand von unter einem Linearmotorschritt in Kontakt kommt. Dies zeigte sich dadurch, dass sie an dem sehr weichen Gold kleben blieb und die Schwingung unterbrochen wurde.

Die Information den Setpoint auf $A_{\text{set}} = 0,8 \cdot A_{\text{amp}}$ einzustellen ist somit nicht Erfolg versprechend. Es wurde daher bei verschiedenen Abständen nahe der Oberfläche ver-

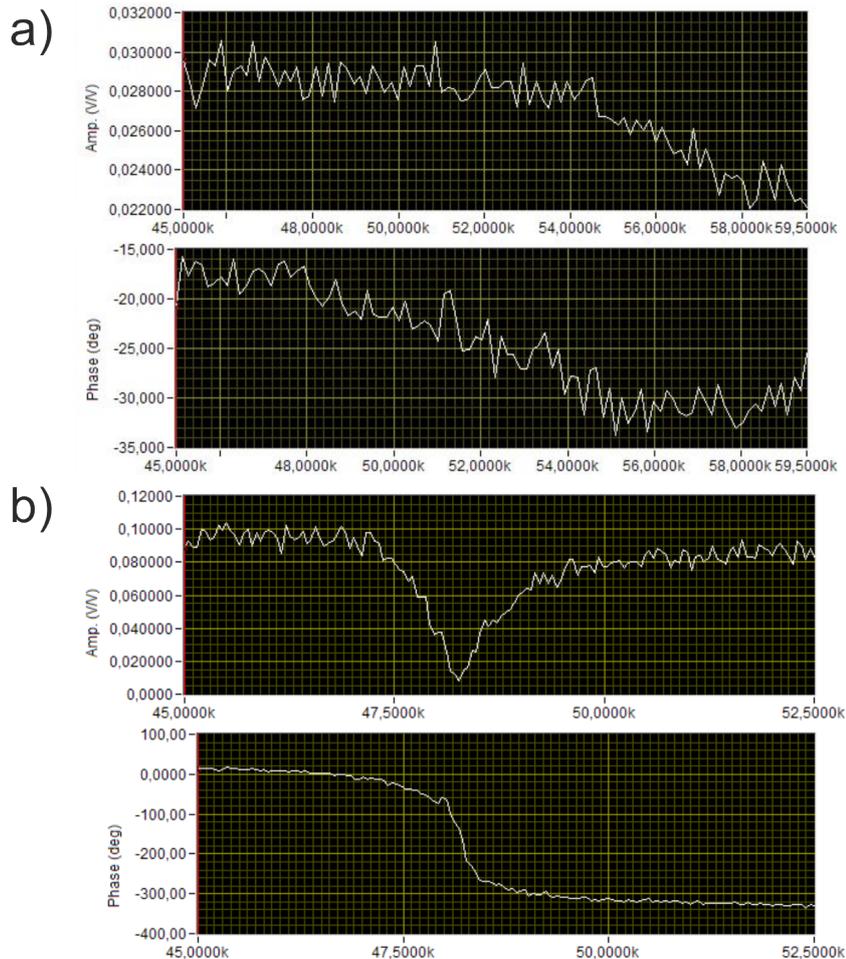


Abbildung 4.22: a) *Frequency sweep* nach einem Rückschritt des Linearmotors.
 b) *Frequency sweep* nach acht Rückschritten des Linearmotors

sucht ein Bild aufzunehmen. Da die in Abschnitt 2.1.5 beschriebene elektrostatische Kraft einen zusätzlichen oder sogar dominanten Einfluss haben könnte, wurden Probe und Spitze auf Masse gelegt. Dies brachte jedoch keine Besserung. Außerdem wurde versucht eine Spannung zwischen Cantilever und Probe anzulegen. Diese konnte mit Hilfe der STM-Steuerlektronik zwischen ± 5 V geregelt werden. Es war sehr deutlich am DC-Ausgangssignal zu beobachten, dass sich der Cantilever bei den angelegten Spannungen verbiegt.

Insgesamt musste festgestellt werden, dass es nicht möglich war, ein Bild an Luft im amplitudensensitiven Modus aufzunehmen. Erst durch Informationen aus einem *Webseminar* der Firma *Agilent Technologies* wurde klargelegt, dass die starke und frühzeitige Dämpfung der Schwingung nicht außergewöhnlich ist. Um bei diesen Bedingungen erfolgreich ein Bild aufzunehmen muss genau der Abstand gefunden werden, an dem die

4 Entwicklung des RKM

attraktiven oder repulsiven Kräfte der Oberfläche gegenüber der Luftdämpfung dominieren. Des Weiteren ist der in Abschnitt 2.1.4 erwähnte Wasserfilm ein großes Problem, da die Kapillarkraft einen großen Einfluss haben kann. Um dieses Problem zu umgehen wurde empfohlen einen Tropfen Wasser auf die Probenoberfläche zu geben. Da die in diesem Aufbau verwendeten Cantilever elektrisch kontaktiert werden, würde dies allerdings zu einem Kurzschluss führen. Leider wurde dieses Webseminar erst sehr spät im Verlauf dieser Arbeit veranstaltet. Diese Informationen konnten daher noch nicht verwendet werden. In Anbetracht der geringen Güte im eigentlichen Arbeitsabstand ist es jedoch fraglich, ob der AM oder PM eine wirkliche Steigerung der Auflösung gegenüber dem Kontakt-Modus bringt (siehe Gleichung 3.8 für den Einfluss der Güte auf die Auflösung).

Da der Versuchsaufbau für den Einsatz in einer UHV-Kammer geplant war, wurde beschlossen, die Versuche unter Atmosphärenbedingungen einzustellen und unter Vakuumbedingungen fortzuführen.

4.4 Umbau für Messungen im Vakuum

Als abschließender Teil dieser Arbeit wurde der Versuchsaufbau in die UHV-Kammer eingebaut, modifiziert und die beiden dynamischen Modi erprobt. Für diese Schritte wurde als erstes die Verkabelung UHV-tauglich gemacht. Modifizierungen am Sensorchiphalter schlossen sich an bis hin zu einem eigenen UHV-tauglichem Design, welches allerdings noch nicht ganz fertig gestellt werden konnte. Um die Funktionsweise zu bestätigen, werden einige Bildaufnahmen von verschiedenen Proben dargestellt.

4.4.1 Präparation für die UHV-Kammer

Der erste Schritt für den Umbau in die UHV-Kammer bestand darin, diese für die Integration des Rasterkraftmikroskops vorzubereiten. Dazu musste als erstes das noch eingebaute RTM, welches an einem seitlichen DN150CF Flansch befestigt war, ausgebaut werden. An diesen Flansch wurde später ein DN150CF Viewport installiert. Die Einschleuskammer und die dazugehörige Transferstange wurden abmontiert, da diese vorerst nicht benötigt werden. An dieser Stelle wurde ein DN80CF Viewport installiert. Durch die beiden Viewports bestand die Möglichkeit, den Cantilever und die Probe aus zwei verschiedenen Blickwinkeln zu beobachten. Eine wesentliche Erleichterung der Probenpositionierung wurde erreicht. Des Weiteren wurden der Proben- und Spitzenab-

lagehalter aus der Kammer entfernt, da diese den Einbau des RKM blockiert hätten. Die UHV-Kammer war somit für den Einbau des RKM bereit.

1. Linearmotor
2. z-Piezo
3. Messsignal
4. Anregungssignal
5. + 5 V
6. - 5 V
7. Bridgesupply
8. Substrat
9. Masse
10. + x-Piezo
11. - x-Piezo
12. + y-Piezo
13. - y-Piezo

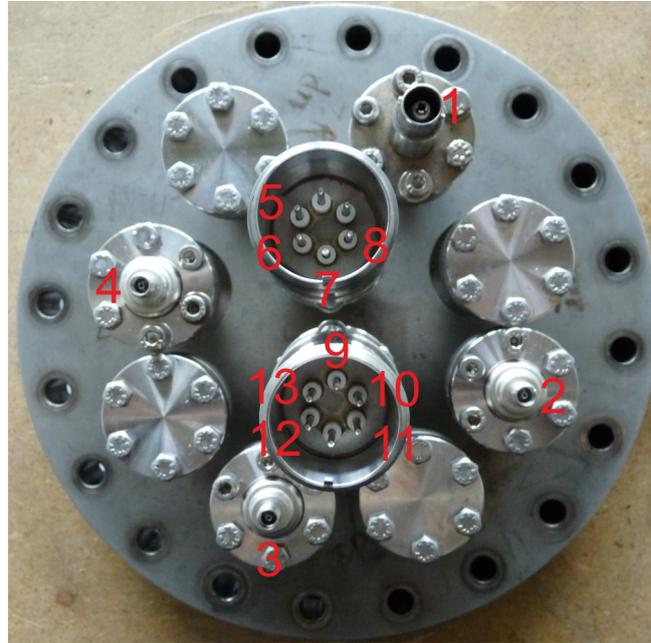


Abbildung 4.23: Ansicht der elektrischen Durchführungen am DN150CF Flansch und Kontaktbeschreibung.

Am Rasterkraftmikroskop musste vor allem die Verkabelung erneuert werden. Als einziges konnten dabei die Drähte vom Piezo-Tube zum Keramiksteckplatz bestehen bleiben, da diese schon zuvor mit UHV-tauglichen Komponenten installiert wurden. Die Kabel, welche von dem Keramiksteckplatz weg zum PiezoDrive führen, mussten allerdings erneuert werden. Dazu wurden möglichst dünne UHV-taugliche kaptonbeschichtete Koaxialkabel (0,89 mm) der Firma *MDC Vacuum Limited* verwendet. Diese sind bis 260 °C hitzebeständig. Im nächsten Schritt musste dafür gesorgt werden, dass die Grundplatte und der Haltezylinder geerdet werden. Dazu wurden Unterlegscheiben mit Drähten verlötet (UHV-Lot) und mit einer Schraube an den einzelnen Komponenten befestigt. Diese Drähte wurden zusammengeführt und mit den Abschirmungen der Koaxialkabel verbunden. Diese Aufgabe wurde bisher von Krokodilklemmen übernommen. Der Linearmotor wurde mit einem eigenen Koaxialkabel kontaktiert, wobei die Seele und die Abschirmung mit jeweils einem Goldstecker verlötet wurden. Um einen Kurzschluss zu vermeiden, wurde der Stecker mit einem Stück Teflonband umwickelt. Als letztes musste der Sensorchiphalter neu verkabelt werden. Eingangssignal, vorverstärktes Messsignal

4 Entwicklung des RKM

und Brückenversorgung wurden dabei mit Koaxialkabeln verbunden. Die Versorgungsspannung und das Substrat wurden über kaptonbeschichtete Drähte kontaktiert. Um alle Kabel aus der UHV-Kammer herauszuführen mussten neue elektrische Durchführungen erworben werden. Da am DN150CF Flansch 10 einzelne DN16CF Flansche zur Verfügung standen, konnten die einzelnen Kabel sehr gut räumlich getrennt aus der UHV-Kammer geführt werden. Die Verteilung ist dabei in Abbildung 4.23 zu sehen. Die Kontaktierung für das Anregungs-, Mess- und z -Piezosignal werden durch eine doppelseitige SMA-Durchführung gelegt. Diese wurde ausgewählt, da die Signale durchgehend abgeschirmt bleiben sollen. Der SMA-Anschluss wurde ausgewählt, da es keine UHV-BNC-Stecker für die verwendete Kabelstärke auf der Vakuumseite gab. Für diesen Anschluss mussten die Kabel auf der Vakuumseite mit UHV-SMA-Steckern versehen werden (Crimpverfahren). Auf der Luftseite wurden die Koaxialkabel für das Anregungs- und Messsignal mit einem SMA-Stecker für die elektrische Durchführung und einem SMB-Stecker für die Kontaktierung mit dem μ Modul versehen. Die Verbindung zum $+sen$ -Eingang wurde dabei so kurz wie möglich gewählt, um den Abstand vom Vorverstärker bis zum μ Modul möglichst klein zu halten. Das z -Piezosignal wurde durch ein BNC- auf SMA-Kabel verbunden. Für die Mehrfachdurchführungen mussten ebenfalls die Stecker neu verlötet werden. Auf der Vakuumseite wurden die Kontakte der Mehrfachdurchführungen mit Goldsteckern verlötet. So können die Kabel für etwaige Reparaturen leichter entfernt werden. Ein wichtiger Aspekt war es ebenfalls, dass sämtliche Komponenten an dem DN150CF Flansch montiert sind. Es ist damit gewährleistet, dass man in der Zukunft bei Reparaturen nur noch diesen einen Flansch entfernen muss, um das komplette RKM aus der UHV-Kammer zu entnehmen. Um eine möglichst gute Erdung zu erreichen, wurde ein breites Kupferband sowohl um einige Koaxialstecker direkt an der UHV-Kammer als auch um die Koaxialstecker an den Steuerelektroniken gewickelt. Außerdem wurden die Massenanschlüsse des HF2LI und der Spannungsversorgung durch Krokodilklemmen mit dem Kupferband verbunden.

4.4.2 Erste Messungen an Diamantoberflächen unter Vakuumbedingungen

Nachdem das Rasterkraftmikroskop in die UHV-Kammer eingebaut wurde, konnten die ersten Messungen unter Vakuumbedingungen durchgeführt werden. Zur Vakuumerzeugung wurde ein Pumpsystem bestehend aus einer Turbomolekularpumpe und einer davor geschalteten Drehschieberpumpe der Firma *Pfeiffer Vacuum GmbH* eingesetzt. Ab ei-

nem Druck von $P_{\text{Kammer}} = 5 \cdot 10^{-6}$ mbar konnte zusätzlich eine Ionengetterpumpe der Firma *Riber* eingeschaltet werden.

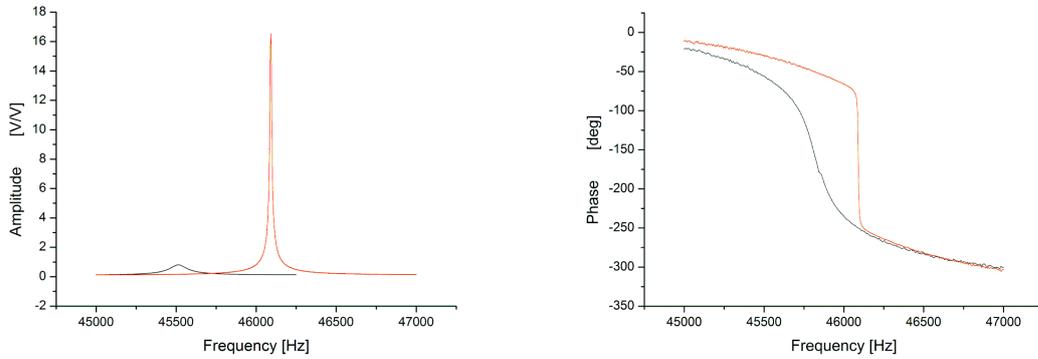


Abbildung 4.24: Links: Amplitude im Vakuum (rot), unter Atmosphäre (schwarz).
Rechts: Phase im Vakuum (rot), unter Atmosphäre (schwarz).
Beide Messungen bei $U_a = 100$ mV.

Nach einer Abpumpzeit von ca. drei Stunden konnte ein Druck von $P_{\text{Kammer}} = 5 \cdot 10^{-5}$ mbar erreicht werden. Zu diesem Zeitpunkt und auch schon zwei Größenordnungen zuvor, sollte die Schwingung des Cantilevers nicht mehr durch die umgebende Luft gedämpft werden. Dieses Verhalten konnte sehr gut anhand eines *frequency sweeps* gezeigt werden. Schon bei der kleinsten vorgeschlagenen Anregungsamplitude von $U_a = 100$ mV konnte ein deutlich größeres Signal gemessen werden. Die Güte in diesem Fall war dabei um den Faktor 12 auf $Q \approx 6000$ gestiegen. In Abbildung 4.24 soll dieser Unterschied noch einmal verdeutlicht werden. Es ist nicht nur eine deutliche Steigerung der Amplitude und der Güte zu erkennen, sondern auch eine Verschiebung der Resonanzfrequenz. Die geringere Dämpfung lässt sich auch sehr gut an der Form der Phasenverschiebung veranschaulichen.

Als erste Bildaufnahme wurde der durch CVD gewachsene und ungeordnete Diamant erneut im *constant-force-mode* vermessen. So sollte noch einmal sicher gestellt werden, dass das RKM durch den Umbau nicht beschädigt wurde. Das Resultat ist in Abbildung 4.25 a) zu sehen. Auffällig ist, dass die Struktur wesentlich rauer ist als in Abbildung 4.20. Dies ist wahrscheinlich durch lokale Unterschiede zu erklären. Aufgrund der größeren Höhenunterschiede musste eine schnellere Regelung gewählt werden.

4 Entwicklung des RKM

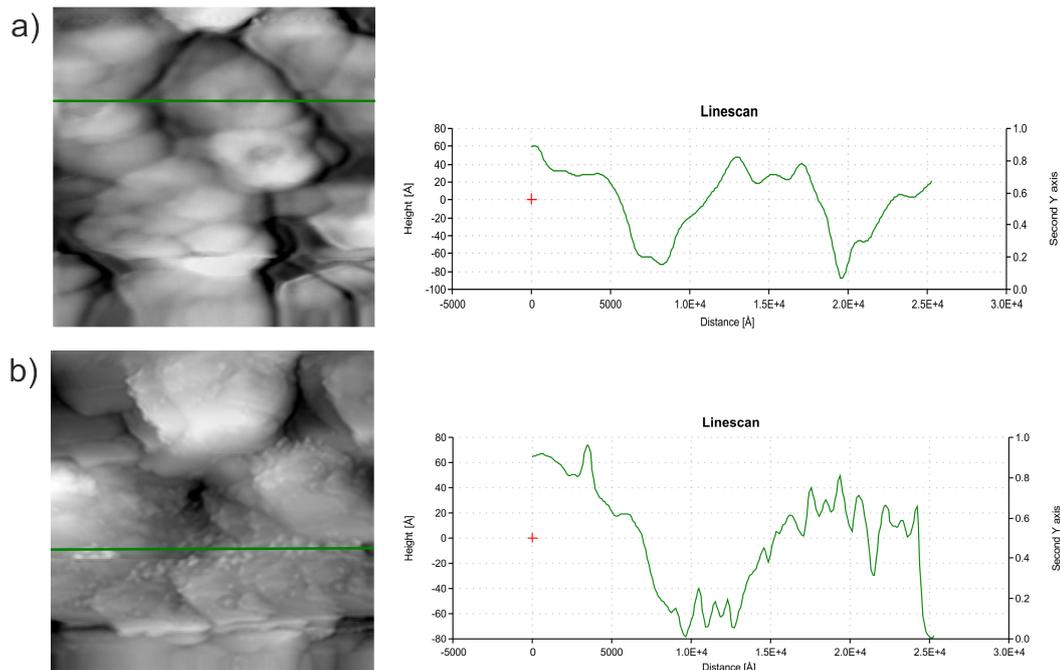


Abbildung 4.25: a) RKM-Aufnahme und Linescan eines CVD gewachsenen Diamanten im constant-force-mode.

Scanbereich: $(2,5 \mu\text{m})^2$, Scanspeed: $19\,379 \text{ \AA s}^{-1}$, $I = -0,850 \text{ s}^{-1}$.

b) RKM-Aufnahme und Linescan eines CVD gewachsenen Diamanten im AM. Scanbereich: $(2,5 \mu\text{m})^2$, Scanspeed: $19\,379 \text{ \AA s}^{-1}$, $I = -0,029 \text{ s}^{-1}$.

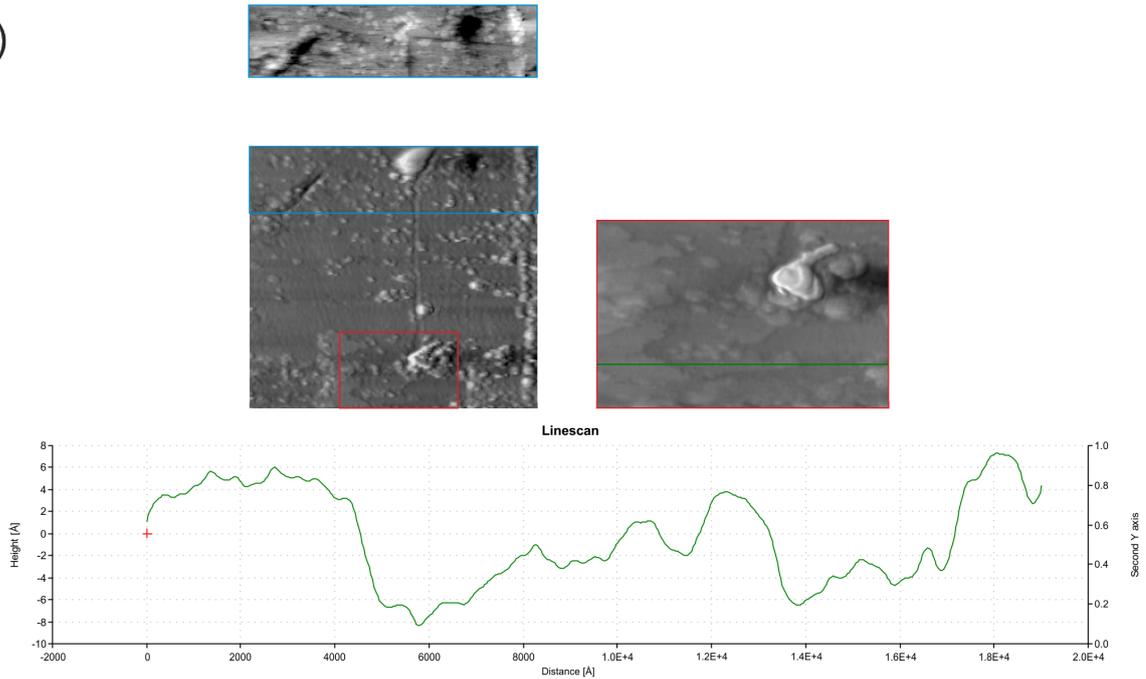
Nun wurde versucht, die gleiche Probe im amplitudensensitiven Modus abzubilden. Dazu wurde der Linearmotor zurückgezogen und der Setpoint auf 80% der Anfangsamplitude eingestellt. Die Anregungsamplitude wurde dabei auf den Wert $V_a = 100 \text{ mV}$ und $V_{\text{off}} = 50 \text{ mV}$ eingestellt. Es war direkt möglich ein stark verrauschtes Bild aufzunehmen. Die zu erwartenden Strukturen der Oberfläche im Hintergrund wurden erkannt. Durch die Optimierung der Regelung konnte eine Verbesserung erreicht werden. Diese war allerdings noch nicht zufriedenstellend. Erst nachdem die Zeitkonstante des Lock-In Verstärkers auf $T_c = 1 \text{ ms}$ angepasst wurde, konnte das Rauschen stark minimiert werden. Das Ergebnis ist in Abbildung 4.25 b) zu sehen.

Da das RKM nun erfolgreich im Kontakt- und Dynamischen-Modus betrieben werden konnte, sollten erste Messungen an aktuellen Systemen durchgeführt werden. CVD gewachsene *optical grade* Diamanten der Firma *Element Six* wurden untersucht. Erstmals wurden die *High Performance Cantilever* der Firma *nano analytik GmbH* verwendet. Diese unterschieden sich nicht durch ihre Resonanzfrequenz oder ihrer Güte von den zuvor genutzten Cantilevern. Lediglich die Spitze ist bei diesen Cantilevern schärfer.

Bei den Untersuchungen sollte festgestellt werden, ob die Oberflächenstruktur durch eine Wasserstoffterminierung verändert wurde. Dazu wurde ein unbehandelter und ein wasserstoffterminierter Diamant verglichen (siehe Abbildung 4.26 a) und b)). Alle Bildaufnahmen wurden mit einer Anregung von $V_a = 20$ mV und $V_{\text{off}} = 15$ mV durchgeführt. Für die Bildaufnahme am unbehandelten Diamanten wurde als erstes der amplitudensensitive Modus verwendet. Nachdem dies erfolgreich durchgeführt werden konnte, sollte an derselben Stelle eine Bildaufnahme im phasensensitiven Modus ausprobiert werden. Dazu wurde die Probe manuell über den Offsetregler erneut angenähert bis die Amplitude auf 80% abgefallen war. Nun wurde ein *frequency sweep* durchgeführt, um die neue Resonanzfrequenz zu finden. Über das integrierte *PLL-Tool* der HF2LI-Software konnte ein Teil der Regelung übernommen werden. Dazu musste die Resonanzfrequenz, die Bandbreite und die Güte eingetragen werden. Durch ein zusätzliches Feature in der Steuersoftware des HF2LI, dem *Advisor*, konnten die passenden Regelgrößen durch die Eingabe der genannten Parameter ausgegeben werden. In Abbildung 4.26 a) (blau) wird das Ergebnis vorgestellt. Es hat sich herausgestellt, dass dieser Modus sehr instabil ist. Daher kann nur ein kleiner Bildausschnitt vorgestellt werden. Die Messungen im AM waren hingegen sehr stabil und es kann für beide Proben ein Übersichtsscan präsentiert werden, sowie ein Zoom (rot) auf besonders interessante Regionen. Insgesamt können beide Proben als sehr flach angesehen werden. Besonders auffällig sind die terrassenförmigen Strukturen. Diese haben eine Höhe von $h_{\text{terrasse}} \approx 10$ Å.

4 Entwicklung des RKM

a)



b)

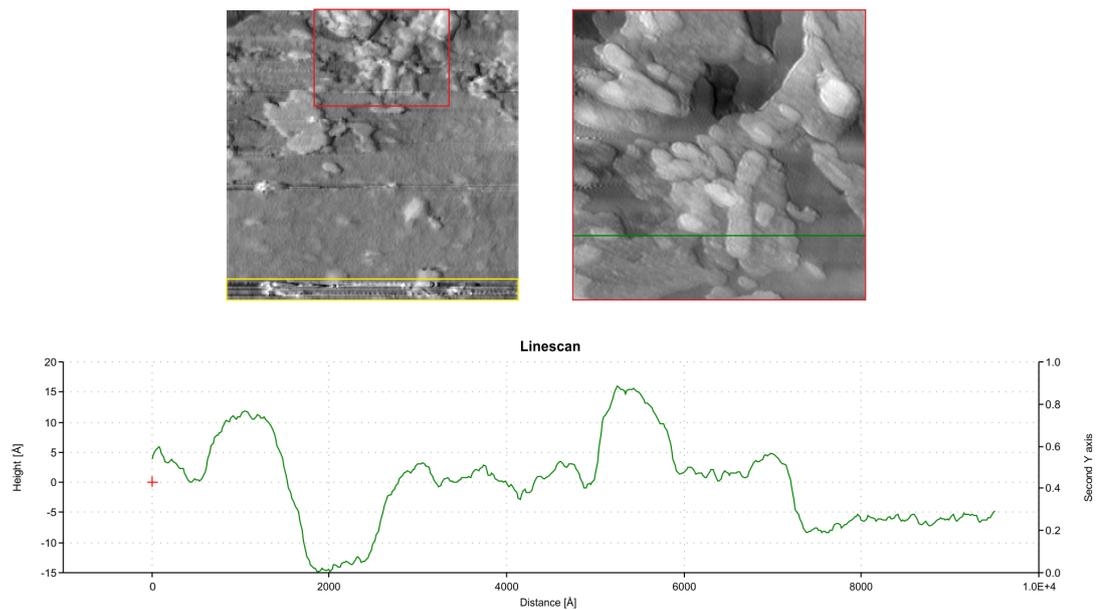


Abbildung 4.26: a) Übersichtsscan eines unbehandelten Diamanten im AM, Scanbereich: $(3,8 \mu\text{m})^2$, blau: Versuchter Übersichtsscan im PM, rot: Zoom auf Terrassenstrukturen mit Linescan (grün).

b) Übersichtsscan eines wasserstoffterminierten Diamanten im AM, Scanbereich: $(1,9 \mu\text{m})^2$, gelb: Schwingungen durch zu langsame Regelung, rot: Zoom auf Terrassenstrukturen mit Linescan (grün).

Wenn auch die Eichung in z -Richtung nicht genau geprüft ist, lässt sich dennoch abschätzen, dass diese Terrassen nur eine bis wenige Atomlagen hoch sind. Die Rauigkeitsangaben des Hersteller von < 30 nm konnten für die beobachteten Regionen auf jeden Fall bestätigt werden. Der untere Bereich in Abbildung 4.26 b) (gelb) gibt einen guten Überblick über die Qualität der Regelung. Da die Probenoberfläche sehr glatt war, musste eine sehr langsame Regelung ($I \approx -0,018 \text{ s}^{-1}$) gewählt werden, da es sonst zu starken Schwingungen gekommen wäre. An den lokalen Erhöhungen war die Regelung jedoch zu langsam, was sich dadurch zeigte, dass weit hinter der Erhöhung der z -Wert vom Setpoint verschieden blieb. Eine zu langsame Regelung kann außerdem sehr schnell dazu führen, dass die Spitze zerstört wird.

Als Ergebnis kann zum einen festgehalten werden, dass das RKM mit der angestrebten Auflösung bei flachen Oberflächen hinreichend gut funktioniert. Als wissenschaftliches Ergebnis bezüglich der untersuchten Diamantoberflächen ist festzuhalten, dass die Wasserstoffterminierung nicht zu einer Aufrauung der Oberfläche geführt hat.

Kraft-Abstandskurve unter Vakuumbedingungen

Da in Abschnitt 4.3.3 bereits eine Kraft-Abstandskurve an Luft vorgestellt wurde, soll diese mit einer Kraft-Abstandskurve unter Vakuumbedingungen verglichen werden. Als Probe wurde ebenfalls Silizium gewählt. Das Messverfahren blieb dabei genau gleich. In Abbildung 4.27 werden beide Kraft-Abstandskurven dargestellt.

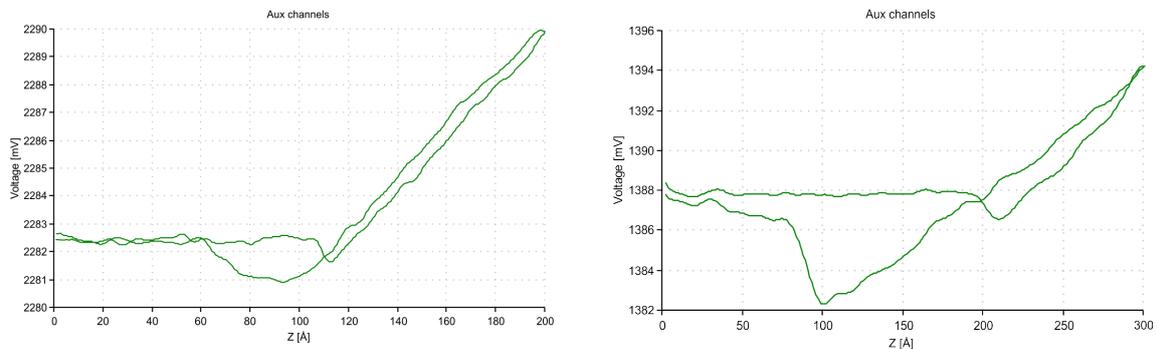


Abbildung 4.27: Links: Kraft-Abstandskurve unter Vakuumbedingungen.
Rechts: Kraft-Abstandskurve an Luft.

Es fällt auf, dass die Hysterese wesentlich schwächer ausfällt. Eine Erklärung dafür ist, dass der Wasserfilm auf der Probenoberfläche dünner ist als an Luft. Auffallend ist, dass der *snap on* im Vakuum sich über eine kürzere Strecke erstreckt als an Luft. Der *snap off* an Luft verläuft zunächst sehr spontan; allerdings kriecht das Messsignal nach dem

4 Entwicklung des RKM

snap off noch langsam weiter, bis der Ausgangswert erreicht wird. Dies deutet ebenfalls darauf hin, dass der Wasserfilm unter Vakuumbedingungen einen wesentlich geringeren Einfluss auf die Wechselwirkung zwischen der Spitze und der Oberfläche hat.

4.4.3 Versuchsaufbau mit eigenem Vorverstärker

Wie gezeigt wurde, ist das RKM mit den erworbenen Komponenten der Firma *nano analytik GmbH* vorerst zufriedenstellend funktionsfähig. Die Komponenten des Sensorchips und die gesamte Halterung sind jedoch nicht UHV-tauglich. Ebenso musste bei diesem bisherigen Versuchsaufbau die Probe an die Spitze angenähert werden. Diese ist nicht mit dem UHV-Probenhalterdesign der Arbeitsgruppe kompatibel. Aus diesem Grund mussten alle Bestandteile der Sensorhalterung durch UHV-kompatible Komponenten ersetzt werden. Als erstes wurde daher der Vorverstärker ersetzt, da es zunächst sehr wichtig war sicherzustellen, dass die Elektronik auch mit einem neuen OPV funktioniert. Erneut wurde der INA101 verwendet und wie in Abbildung 4.4 gezeigt kontaktiert. Als Sensorchiphalter wurde die Version ohne OPV ausgewählt. Der INA101 wurde direkt auf die Haltevorrichtung geklebt, damit die Verbindungen der $\pm sen$ Kontakte zum Eingang sehr kurz sind.

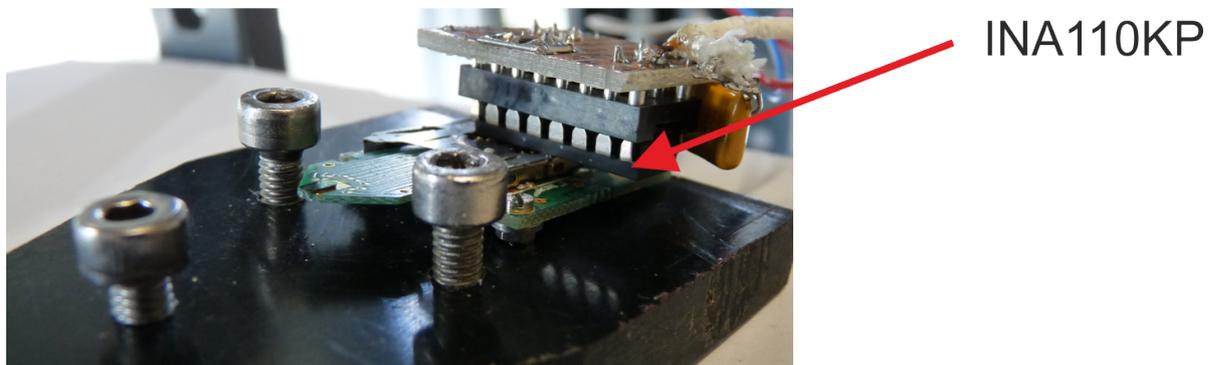


Abbildung 4.28: Sensorchiphalter mit INA110KP

Da es mit dem INA101 nicht möglich war Bilder im dynamischen Modus aufzunehmen, wurde dieser durch einen INA110KP ersetzt. Der wesentliche Unterschied zwischen den beiden OPVs besteht in der kürzeren *Stepresponse* des INA110KP. Der Umbau ist in Abbildung 4.28 zu sehen. Die Verstärkung des OPV wurde auf $G = 15$ erhöht, da sich herausgestellt hat, dass unter Vakuumbedingungen nur Anregungen von $V_a \leq 100$ mV sinnvoll sind. Somit konnte das Signal noch etwas stärker vorverstärkt werden, bevor die

Sättigung des HF2LI erreicht wurde.

Nach diesem Umbau war es erneut möglich Bilder im AM aufzunehmen. Diese hatten keine geringere Qualität als vor dem Austausch. Daher wurde der INA110KP durch die Keramikversion INA110SG ersetzt, welcher Temperaturen von bis zu $T = 130\text{ °C}$ aushält. Außerdem wurde dieser OPV in eine selbstgebaute Keramikhalterung eingesetzt. Die Kammer könnte nun ausgeheizt werden um von dem bisher niedrigsten Kammerdruck $P_{\text{Kammer}} \approx 1 \cdot 10^{-7}$ mbar in den oberen UHV-Bereich zu kommen.

Ergebnisse

Um die Qualität des Versuchsaufbaus mit einem RKM der Firma *NT-MDT* zu vergleichen, wurde eine atomar flache Probe verwendet. Es handelt sich dabei um eine GaAs(111)-Probe, welche am Lehrstuhl *Angewandte Festkörperphysik* der Ruhr-Universität Bochum von Herrn Julian Ritzmann durch epitaktisches Wachstum hergestellt wurde.

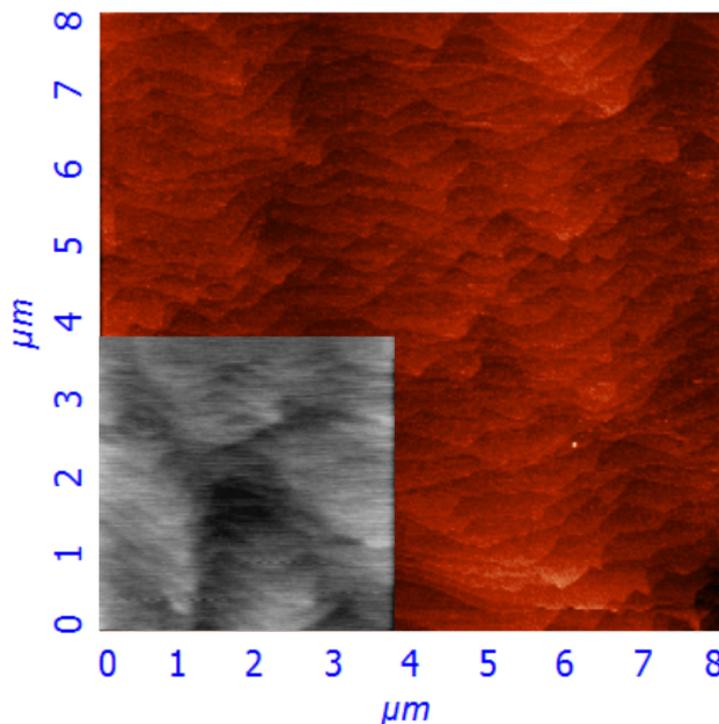


Abbildung 4.29: Grau: Bildaufnahme der GaAs(111)-Oberfläche in passendem Maßstab im constant-force-mode des Versuchsaufbaus.

Rot: Bildaufnahme im constant-force-mode des RKM der Firma NT-MDT.

Leider war es nach einer Vielzahl von Versuchen nicht möglich die Oberfläche im AM zu vermessen. Es wurde daher der *constant-force-mode* gewählt.

4 Entwicklung des RKM

Um die Schwingungsdämpfung für diese Messung zu optimieren, wurde die UHV-Kammer durch eine Luftdämpfung aufgebockt. Dabei war allerdings darauf zu achten, dass die Turbomolekularpumpe ausgeschaltet ist, da diese an der Kammerhalterung befestigt ist und nicht nur mit angehoben werden würde, sondern auch weil der Messaufbau mit der Turbomolekularpumpe schwingen würde. Da die Kammer bei diesem Vorgang etwas in Schiefelage geraten kann und somit auch die Turbomolekularpumpe, könnte diese durch die Unwucht beschädigt werden.

Nachdem die Kammer zusätzlich luftgedämpft wurde, konnte ein Bild der Oberfläche aufgenommen werden. Die beiden zu vergleichenden Bildaufnahmen sind in Abbildung 4.29 zu sehen. Es fällt auf, dass die Qualität der Aufnahme des RKM der Firma *NT-MDT* nur geringfügig besser ist als die eigene Aufnahme. Es sollte allerdings hinzugefügt werden, dass diese Bildaufnahme nicht mit einem *High Performance Cantilever* durchgeführt wurde. Eine Messung mit einem *High Performance Cantilever* sollte von daher wiederholt werden. Man kann davon ausgehen, dass in etwa dieselbe Bildqualität wie in dem kommerziellen RKM erreicht werden kann.

Außerdem wurde das 160 nm Eichgitter erneut vermessen. An diesem Gitter konnte über neun Abstände in x -, y -Richtung gemittelt werden. Die Abweichung zur ersten Eichung betrug nur 0,8 %. Diese Abweichung wurde in der Software nachgetragen.

4.4.4 Weiterführender Umbau für einen UHV-Aufbau

Der letzte Umbauschritt bestand darin, für den Siliziumsensor einen UHV-tauglichen Sensorchip und eine passende Sensorchiphalterung zu entwerfen. Die neuen Bauteile mussten dabei folgende Bedingungen erfüllen. Als erstes durften natürlich nur UHV-taugliche Materialien verwendet werden. Da der Sensorchiphalter auf dem Piezo-Tube befestigt werden sollte, musste dieser relativ klein ($(10 \times 10) \text{ mm}^2$) und leicht sein und aus einem festen Material bestehen. Daher wurde das Polymer PEEK (*Polyetheretherketon*) ausgewählt. An das Halterungs- und Chipdesign wurde der Anspruch gestellt, dass auch ein Wechsel des Sensorchips unter UHV-Bedingungen durchgeführt werden kann. Der Sensorchip sollte mit der Transferstange transportiert werden können. Die Halterung musste so ausgelegt werden, dass es möglich ist, den Sensorchip nur mit Hilfe der Transferstange zu tauschen. Aus diesem Grund wurde ein Design gewählt, welches ähnlich zu dem von Herrn Dr. Stefan Kubsky am Synchrotron SOLEIL ist.

Der Sensorchiphalter wurde, wie schon gesagt aus PEEK hergestellt. Die Kontaktfedern konnten aus einem *microSD-Slot* ausgebaut werden und sind vollkommen vergoldet. Um die Kontaktfedern zu befestigen, wurden zum einen sieben Aussparungen in den Halter

gefräst. In diese Aussparungen konnten die Kontaktfedern eingelegt werden, um dann mit UHV-Kleber verklebt zu werden. Die Seitenwände am Einschub wurden abgerundet um eine bessere Führung für den Sensorchip zu erhalten. Des Weiteren wurden im vorderen Bereich Aussparungen gefräst, um die Transporthalterungen von der unteren Seite erreichen zu können (siehe Abbildung 4.30).

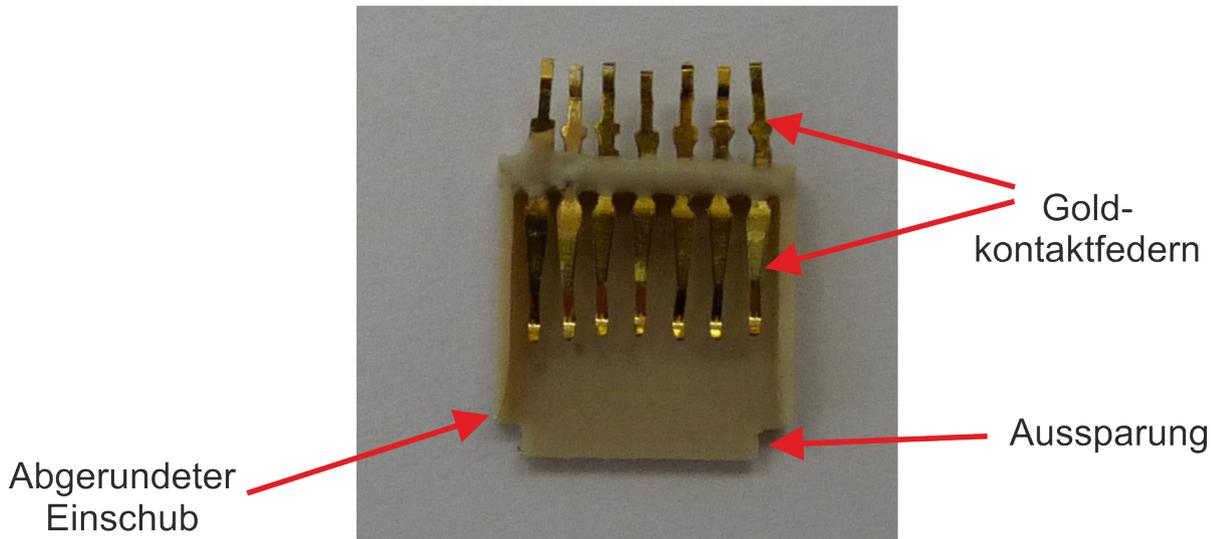


Abbildung 4.30: UHV-Sensorchiphalter

Die Herstellung des Sensorchiphalters war dabei deutlich komplizierter. Als erstes wurde die Grundform aus PEEK gefräst. Dabei war darauf zu achten, dass die PEEK-Plättchen von ihrer Höhe her unter die Kontaktfedern des Halters passen. Des Weiteren wurden die Plättchen an ihrer vorderen Seite abgerundet und verjüngt, damit ein leichter Einschub in den Halter und dann unter die Kontaktfedern ermöglicht wurde. Im nächsten Schritt wurde die Oberfläche mit 2400er-Schmirgelpapier poliert. Diese Oberfläche sollte vergoldet und segmentiert werden, um die Kontaktbahnen für die Kontaktfedern zu bilden.

Die größte Schwierigkeit bei der Vergoldung bestand darin, eine elektrisch gut leitende Schicht zu erzeugen ($R_{\text{bahn}} < 1 \Omega$), welche sich nicht von der PEEK-Oberfläche lösen durfte. Außerdem musste es möglich sein, auf dieser Schicht zu bonden. Es wurden verschiedene Methoden getestet um ein gutes Resultat zu erzielen. Als erstes wurde versucht einen Teststreifen aus PEEK mit einem Sputtercoater zu vergolden. Die Schicht konnte allerdings leicht abgekratzt werden. Zudem lag der Widerstand von einer Kontaktbahn bei $R_{\text{bahn}} \approx 30 \Omega$. Eine weitere Methode bestand darin einen Teststreifen zu verchromen und dann mit Gold zu beschichten. Dazu wurde ein Teststreifen in einer Ionensputter-

4 Entwicklung des RKM

anlage mit einer Schicht aus 10 Monolagen Chrom und anschließend mit einer 200 nm-Schicht Gold versehen. Diese Schicht konnte nicht sehr leicht von der Oberfläche entfernt werden, jedoch lag der Bahnwiderstand bei $R_{\text{bahn}} \approx 8 \Omega$. Daher sollte durch ein elektrolytisches Verfahren versucht werden eine 1 μm dicke Schicht auf das PEEK aufzubringen. Dazu wurde die Oberfläche wieder verchromt und mit einer aus wenigen Monolagen starken Schicht aus Kupfer erweitert. Leider wurden die präparierten Schichten durch den Elektrolyseprozess zerstört. Als letzte Methode wurde eine Chrom- und Goldschicht in einem Lichtbogenofen von Herrn Sebastian Schipporeit (*Universität Duisburg-Essen, AG Prof. Dr. Volker Buck*), aufgedampft. Diese Methode wird in [XZ12] für die Vergoldung von PEEK empfohlen. Die Schichtdicke betrug dabei $\approx 200 \text{ nm}$ und es konnte ein

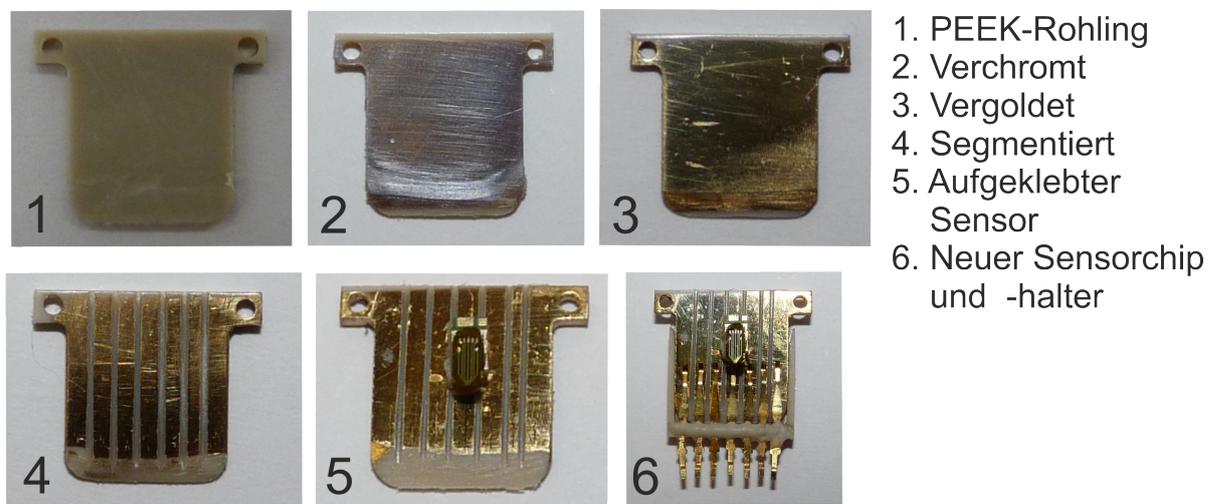


Abbildung 4.31: Schrittweiser Herstellungsprozess des UHV-Sensorhalterchips

Widerstand von $R_{\text{bahn}} \approx 0,8 \Omega$ gemessen werden. Leider konnte aus technischen Gründen dieses Verfahren nicht weiter verfolgt werden. Aus diesem Grund wurde versucht, einen Sensorchip mit dem Sputterverfahren herzustellen. Das Ergebnis dieses Verfahren erschien zunächst akzeptabel. Daher wurde im nächsten Schritt die Goldschicht durch eine Bandsäge segmentiert und eine schräge Auflagefläche aus PEEK (Neigung 10°) auf die Goldoberfläche aufgeklebt. Danach konnte der Sensor auf die Auflagefläche geklebt werden. Der letzte Schritt bestand darin, die Kontaktpads auf dem Sensor durch das *bonding*-Verfahren mit den Goldbahnen zu verbinden. Es gelang jedoch nicht, auf der Goldschicht zu bonden. Somit war es nicht möglich einen Test mit dem eigenen Sensorhalterungsdesign durchzuführen. Weitere Versuche für eine akzeptable Vergoldung müssen daher in der Zukunft durchgeführt werden. Insgesamt sollte der Ausbau auf dieses Design eine lohnenswerte Verbesserung sein.

5 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit konnten die vorgegebenen Ziele weitestgehend erfüllt werden. Die Hauptziele bestanden darin, ein funktionsfähiges Rasterkraftmikroskop aufzubauen und dieses für die Verwendung in einer UHV-Kammer vorzubereiten. Außerdem war es gewünscht, einen dynamischen Aufnahmemodus zu etablieren.

Der stufenweise Ausbau wurde sehr detailliert beschrieben und jeder wichtige Ausbauschnitt durch Bildaufnahmen dokumentiert. Der Versuchsaufbau wurde sehr kompakt gehalten. Er ist mit den Probenhaltern und mit jeder UHV-Kammer der Arbeitsgruppe kompatibel. Ein schneller Umbau ist damit gewährleistet.

Einen wesentlichen Anteil für das Erreichen der gewünschten Auflösung von atomaren Stufenkanten und Terrassen, sowie Strukturen von < 80 nm an Diamantoberflächen hatte mit Sicherheit das ständige Bestreben, einen sehr gut geerdeten, abgeschirmten und schwingungsgedämpften Aufbau herzustellen. Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass durch die Verwendung von piezoresistiven Cantilevern mit thermischem bimorphen Aktuator der Firma *nano analytik GmbH* diese Auflösungen erreicht werden konnten. Ebenfalls konnte eine genaue Eichung in x -, y -Richtung und eine vorläufige Eichung in z -Richtung durchgeführt werden und die Qualität der Bildaufnahmen mit denen eines kommerziellen RKM der Firma *NT-MDT* verglichen werden.

Bislang war es nicht möglich, den finalen Versuchsaufbau mit selbst entwickeltem Sensorhalterdesign zu testen, da die Kontaktierung des Sensors mit den Goldbahnen des Sensorchips fehlgeschlagen ist. Mit diesem Design bestünde die Möglichkeit, einen Kammerdruck nach einem Ausheizvorgang von $1 \cdot 10^{-8} \text{ mbar} \geq P_{\text{Kammer}} \geq 5 \cdot 10^{-10} \text{ mbar}$ zu erreichen. Doch auch mit der Version des Sensorhalterungssystems der Firma *nano analytik GmbH* konnte bereits ein Druck ohne Ausheizvorgang von $P_{\text{Kammer}} \approx 1 \cdot 10^{-7} \text{ mbar}$ erreicht werden. Nach einem Ausheizvorgang wäre ein Kammerdruck im oberen UHV-Bereich zu erwarten.

Ein Großteil dieser Arbeit bestand nicht alleine darin, das Rasterkraftmikroskop aufzubauen, sondern auch eine für dieses System maßgeschneiderte Regeltechnik anzupassen

5 Zusammenfassung

und ein Verständnis für die Bedienung zu erlangen. Dabei wurden vor allem der *constant-force-mode* und der *amplitudensensitive-Modus* etabliert.

Der nächste Ausbauschritt an diesem Versuchsaufbau ist es, die Kontaktierung zwischen Sensor und Sensorchip erfolgreich durchzuführen. Nach einem erfolgreichen Test des Prototypen, soll dieses Sensorchipdesign in einer Serienfertigung hergestellt werden. Die Kontaktbahnen würden in der Serienfertigung durch ein Lithografieverfahren hergestellt werden. Diese Fertigungsschritte sollen dabei in der Arbeitsgruppe Oberflächenphysik durchgeführt werden. Im nächsten Schritt würden die Sensoren von der Firma *nano analytik GmbH* auf die vorbereiteten Sensorchips aufkleben werden. Das *bonding*-Verfahren würde dann wieder in der Arbeitsgruppe Oberflächenphysik durchgeführt werden. Erst durch einen funktionierenden Prototypen besteht die Möglichkeit den unteren UHV-Bereich zu erreichen. Außerdem sollte ein Sensorwechsel unter UHV-Bedingungen erprobt werden. Es ist davon auszugehen, dass diese Ziele zeitnah erreicht werden können. Das entworfene Sensorhalterungsdesign ist dabei nicht nur eine gute Plattform für die piezoresistiven Cantilever mit thermischem bimorphen Aktuator der Firma *nano analytik GmbH*, sondern auch ein Umbau zu den sogenannten qPlus-Sensoren ist möglich. Diese Sensoren besitzen eine sehr hohe Güte ($Q \approx 50000$) und es wurde gezeigt, dass mit ihnen eine laterale atomare Auflösung möglich ist. Für diesen Schritt müsste der schon teilweise erfolgreich getestete *phasensensitive-Modus* weiter verfeinert werden.

Literaturverzeichnis

- [Alb91] ALBRECHT, T.R. et al.: *Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity*, Journal of Applied Physics **69**, 668, 1991
- [BB98] BURR-BROWN (Hg.): *INA101: High Accuracy INSTRUMENTATION AMPLIFIER*, 1998
- [Bel97] BELAIDI, S., GIRARD P. UND LEVEQUE, G.: *Electrostatic forces acting on the tip in atomic force microscopy: Modelization and comparison with analytic expressions*, Journal of Applied Physics **81**, 1023, 1997
- [Bhu10] BHUSHAN, B.: *Scanning probe microscopy in nanoscience and nanotechnology*, Nanoscience and technology, Springer, Berlin and London, 2010
- [Bin86] BINNIG, G. UND QUATE, C.F.: *Atomic Force Microscope*, Physical Review Letters **56**, 930–933, 1986
- [Bon06] BONACCURSO, E., SCHÖNFELD FRIEDHELM UND BUTT, H.J.: *Electrostatic forces acting on tip and cantilever in atomic force microscopy*, Physical Review B **74**, 085413, 2006
- [Che93] CHEN, C.J.: *Introduction to scanning tunneling microscopy*, Band 4 von *Oxford series in optical and imaging sciences*, Oxford University Press, New York, 1993
- [Dem09] DEMTRÖDER, W.: *Experimentalphysik 2: Elektrizität und Optik*, Springer-Lehrbuch, Springer, Berlin and Heidelberg, 5. Auflage, 2009
- [Ger06] GERLACH, G. UND DÖTZEL, W.: *Einführung in die Mikrosystemtechnik: Ein Kursbuch für Studierende : mit 49 Beispielen sowie 54 Aufgaben*, Fachbuchverlag Leipzig im Carl-Hanser-Verlag, München [u.a.], 2006

- [Gie00] GIESSIBL, F.J.: *Atomic resolution on Si(111)-(7×7) by noncontact atomic force microscopy with a force sensor based on a quartz tuning fork*, Applied Physics Letters **76**, 1470, 2000
- [Giv00] GIVARGIZOV, E. et al.: *Whisker probes*, Ultramicroscopy **82**, 57–61, 2000
- [Got98] GOTSZALK, T. et al.: *Fabrication of multipurpose AFM/SCM/SEP microprobe with integrated piezoresistive deflection sensor and isolated conductive tip*, Microelectronic Engineering **41-42**, 477–480, 1998
- [Gra97] GRABIEC, P. et al.: *Scanning probe sharp tip formation for IC integration using mesa technique*, Microelectronic Engineering **35**, 329–332, 1997
- [Her12] HERING, E. UND SCHÖNFELDER, G.: *Sensoren in Wissenschaft und Technik: Funktionsweise und Einsatzgebiete*, Vieweg+Teubner Verlag, Wiesbaden, 2012
- [Hie97] HIEMENZ, P.C. UND RAJAGOPALAN, R.: *Principles of colloid and surface chemistry*, Marcel Dekker, New York, 3. Auflage, 1997
- [Hud95] HUDLET, S. et al.: *Electrostatic forces between metallic tip and semiconductor surfaces*, Journal of Applied Physics **77**, 3308, 1995
- [Isr11] ISRAELACHVILI, J.N.: *Intermolecular and surface forces*, Academic Press, Burlington and MA, 3. Auflage, 2011
- [Lüt95] LÜTHI, R. et al.: *Nanotribology: an UHV-SFM study on thin films of C60 and AgBr*, Surface Science **338**, 247–260, 1995
- [Mar87] MARTIN, Y., WILLIAMS C. C. UND WICKRAMASINGHE, H.K.: *Atomic force microscope–force mapping and profiling on a sub 100-Å scale*, Journal of Applied Physics **61**, 4723, 1987
- [nan12a] NANO ANALYTIC GMBH (Hg.): *Universal Piezoresistive Adapter: Datenblatt*, 2012
- [nan12b] NANO ANALYTIK GMBH (Hg.): *High Performance AFM Cantilever: Datenblatt*, 2012
- [Okr10] OKRUSCH, M. UND MATTHES, S.: *Mineralogie: Eine Einführung in die spezielle Mineralogie, Petrologie und Lagerstättenkunde*, Springer-Lehrbuch, Springer, Dordrecht, 8. Auflage, 2010

- [Pla09] PLASSMANN, W. (Hg.): *Handbuch Elektrotechnik: Grundlagen und Anwendungen für Elektrotechniker ; mit 300 Tabellen*, Praxis, Vieweg + Teubner, Wiesbaden, 5. Auflage, 2009
- [Ran94] RANGELOW, I.: *Sharp silicon tips for AFM and field emission*, Microelectronic Engineering **23**, 369–372, 1994
- [Sar11] SAROV, Y. et al.: *Thermally driven multi-layer actuator for 2D cantilever arrays*, Applied Physics A **102**, 61–68, 2011
- [Sta93] STANFORD RESEARCH SYSTEMS (Hg.): *MODEL SR830: DSP Lock-In Amplifier*, 1993
- [TRU75] TRUCANO, P. UND CHEN, R.: *Structure of graphite by neutron diffraction*, Nature **258**, 136–137, 1975
- [XZ12] XUE ZHAO, P.U. UND MÜLLER, B.: *Optimization of the optical readout of PEEK cantilevers*, European Cells and Materials **23**, 40, 2012

Literaturverzeichnis

Danksagung

Ich bedanke mich:

bei Herrn Prof. Dr. Ulrich Köhler, der mir die Möglichkeit gab, meine Masterarbeit in der *Arbeitsgruppe Oberflächen* anzufertigen. Besonders möchte ich mich aber für die umfangreichen Diskussionen, den großen Erfahrungsaustausch, dem Interesse an dieser Arbeit und die vielen Stunden die gemeinsam am Versuchsaufbau verbracht wurden, bedanken.

bei der gesamten *Arbeitsgruppe Oberflächen* für viele Diskussionen, ständiger Hilfsbereitschaft und einem tollen Arbeitsumfeld, bei dem das Arbeiten meistens eher ein Vergnügen war. Besonders möchte ich aber Sani Noor für sein Engagement und seine Zuverlässigkeit, sowie Elisabeth Bartling und Cornelia Leschke für ihre technische Unterstützung hervorheben und danken.

bei Peter Stauche für seine all die vielen kleinen und großen Ratschläge, wenn es um Materialfragen ging. Natürlich haben die täglich neuen Witze auch ihren Anteil an der guten Arbeitsatmosphäre gehabt.

bei den Mitarbeitern der Mechanikwerkstatt für ihre schnellen und ausgezeichneten Arbeiten, besonders im Hinblick auf die kleinen und filigranen Bauteile und bei den Mitarbeitern der Elektronikwerkstatt für die vielen Beratungen und dem Interesse an meiner Arbeit.

bei Eckehard Gottwald, Julian Ritzmann und noch einmal Sani Noor, die sich bereitgestellt haben, diese Arbeit korrekturlesen.

ganz besonders bei meinen Eltern, die es mir durch ihre Unterstützung ermöglicht haben, mein Studium konzentriert zu absolvieren und immer für mich da waren.