

RASTERKRAFTMIKROSKOPIE – TEIL 2

INHALTSVERZEICHNIS

1. Einleitung	2
2. Vorbereitende Theorie	3
2.1. Wiederholung	3
2.2. Nicht-Kontakt-Modus	4
2.2.1. Constant Height Mode	7
2.2.2. Constant Amplitude Mode	7
2.3. Intermittierender Modus	8
2.3.1. Tapping Mode™	8
2.3.2. Pulsed Force Mode	10
2.4. Hilfreiche Literatur	11
3. Versuchsdurchführung.....	12
3.1. Kalibrierung des Laserinterferometers – Q-Punkt	12
3.2. Resonanzkurve	12
3.3. Kalibrierung der Software mit einer Eichprobe	12
3.4. Amplitude-Abstand-Kurve	13
3.5. Verschiedene Proben	14
4. Hinweise zur Protokollanfertigung	15
4.1. zu 3.1) Kalibrierung des Laserinterferometers – Q-Punkt	15
4.2. zu 3.2) Resonanzkurve	15
4.3. zu 3.3) Kalibrierung der Software mit einer Eichprobe	15
4.4. zu 3.4) Amplitude-Abstand.Kurve	16
4.5. zu 3.5) Verschiedene Proben	16

1. EINLEITUNG

Diese Anleitung soll Ihnen zur Vor- und Nachbereitung des anstehenden Versuches dienen. Es reicht aus, wenn Sie vor und nach dem Versuch mit der elektronischen Version arbeiten. Während der Durchführung wird Ihnen die Anleitung in gedruckter Form zur Verfügung stehen.

Der erste Versuch zur Rasterkraftmikroskopie beschäftigte sich mit den grundlegenden Aspekten und gab einen Einblick in den einfachen Umgang mit dieser Mikroskopietechnik.

In diesem F-Praktikumsversuch wird ein weiteres spezielles Messverfahren vorgestellt, mit welchem es möglich ist, das Abbilden von Oberflächen zu verbessern.

Ziele dieses Versuches (Lernziele)

Allgemeine Ziele für das experimentelle Arbeiten:

- Sich in die Grundlagen des Themas (hier Rasterkraftmikroskopie) anhand der Literatur einarbeiten.
- Das Projekt in der Planung und Durchführung erläutern können.
- Den praktischen Umgang (mit der Mikroskopietechnik) beherrschen.
- Experimentelle Aufgaben im Team bearbeiten.
- Erfahrungen mit der Datenbearbeitung und Auswertung sammeln.
- Messresultate analysieren und zusammen mit der Theorie und Aufgabenstellung als Bericht darstellen können.

Themen- bzw. Versuchsspezifische Ziele:

- Ein Rasterkraftmikroskop in der Betriebsart *Tapping Mode* bedienen können.
- Unterschiede zwischen Tapping Mode und Kontakt-Modus erkennen.
- Grenzen der Rasterkraftmikroskopie und typische Fehler feststellen.
- Selbstständig Proben untersuchen und kritisch auswerten können.

2. VORBEREITENDE THEORIE

Dieses Kapitel dient Ihnen zur Vorbereitung auf den Versuch und das eingeschlossene Kolloquium. Es ist eine Erweiterung der Theorie aus *Teil 1*, welche Sie nochmals heranziehen sollten.

Es gibt wieder **Vorbereitungsaufgaben**, die Sie gründlich für das Kolloquium und die Auswertung bearbeitet sollten. Der Großteil dieser Aufgaben stellt eine Wiederholung der Theorie aus *Teil 1* dar. Am Ende sollten Sie außerdem folgende Fragen beantworten können:

- Wie funktioniert der Nicht-Kontakt-Modus und unter welchen Bedienungen empfiehlt es sich, diesen Modus zu verwenden?
- Worin bestehen die Unterschiede zwischen dem dynamischen Constant Height Mode und dem Constant Amplitude Mode? Was sind die Vor- und Nachteile?
- Was sind die Besonderheiten beim Tapping Mode gegenüber den Kontakt-Modi?
- Wie wird das RKM im Pulsed Force Mode bedient und welche Eigenschaften der Probe können damit bestimmt werden?

Nehmen Sie sich zudem die **Bedienungsanleitung** (aus Teil 1) vor und wiederholen Sie nochmal alle wichtigen Bedienungen und Anwendungen.

2.1. WIEDERHOLUNG

Vorbereitungsaufgabe 1

Welche Idee liegt der Rasterkraftmikroskopie zugrunde und welche Faktoren können sich störend auswirken?

Vorbereitungsaufgabe 2

Erläutern Sie kurz die wichtigsten Bestandteile eines RKM. Gehen Sie dabei nicht auf die typische Vier-Segment-Fotodiode ein, sondern auf das hier verwendete Interferometer.

Vorbereitungsaufgabe 3

Die Betriebsmodi des RKM wurden in die Kategorien *Kontakt-Modus*, *Nicht-Kontakt-Modus* und *Intermittierender Modus* unterteilt. Welche weiteren Typisierungen können außerdem bei den Modi vorgenommen werden?

Der in Teil 1 behandelte Kontakt-Modus wird nun um eine weitere Betriebsart ergänzt, bei der der Hebelarm zu Schwingungen angeregt wird. In diesem dynamischen Modus können empfindlich langreichweitige Kräfte und Kraftgradienten detektiert werden, ohne dass sich die Spitze im Kontakt mit der Oberfläche befindet (Nicht-Kontakt-Modus) oder nur kurzzeitig die Oberfläche berührt (Intermittierender Modus).

2.2. NICHT-KONTAKT-MODUS

In einem reinen Nicht-Kontakt-Modus befindet sich die Spitze in einer Entfernung von ungefähr 10 – 100 nm. In diesem Bereich werden die attraktiven Kräfte, überwiegend die der Van-der-Waals-Wechselwirkung, erfasst, um Informationen über die Topographie zu erhalten. Diese Kräfte haben eine ungefähre Größenordnung von 10^{-13} N. Würde man den Hebelarm, wie zuvor, statisch bedienen, wäre eine Verbiegung kaum noch messbar. Deshalb wird in dieser Entfernung auf eine dynamische Betriebsart zurückgegriffen. Die Abbildung 1 soll dieses Verhalten vereinfacht darstellen.

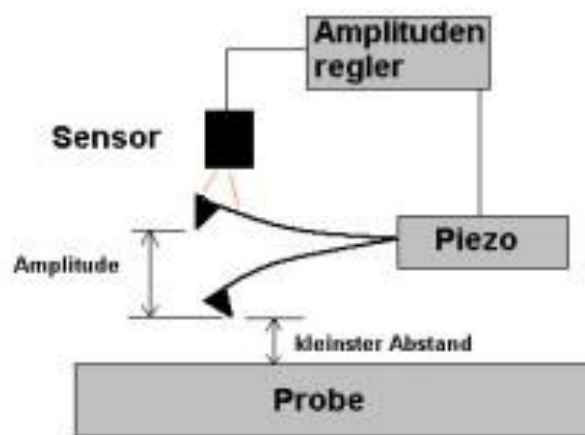


Abbildung 1: Schema des RKM, während es dynamisch so bedient wird, dass die Spitze mit einer bestimmten Amplitude in einem gewissen Abstand über der Probe schwingt. Der Sensor misst dabei die Amplitude. Mit dem Amplitudenregler und den Piezo-Stellelementen kann sie beliebig eingestellt werden.

Zunächst kann der freie Hebelarm, also ohne dass in einer Wechselwirkung mit der Probe steht, als harmonischer Oszillator angesehen werden, wobei die Kenngrößen Federkonstante k , Güte Q und Eigenfrequenz

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (1)$$

(m : Masse) sein Schwingverhalten bestimmen. Regt man ihn durch einen äußeren Aktuator mit einer sinusförmigen Schwingung der Form

$$A_{drive} = \hat{A}_{drive} \cdot \sin(\omega_{drive} \cdot t) \quad (2)$$

an (A_{drive} : momentane Auslenkung des Aktuators, \hat{A}_{drive} : Amplitude der Anregungsschwingung, ω_{drive} : Anregungsfrequenz, t : Zeit), wird er sich bei der Frequenz ω_{drive} mit einer gewissen Amplitude A einschwingen, welche sich durch die Formel

$$\hat{A} = \frac{\hat{A}_{drive}}{\sqrt{\left(1 - \frac{\omega_{drive}^2}{\omega_0^2}\right)^2 + \frac{\omega_{drive}^2}{\omega_0^2} \cdot Q^2}} \quad (3)$$

ergibt. Er selbst schwingt dann mit

$$q(t) = \hat{A} \cdot \sin(\omega_{drive} \cdot t) \quad (4)$$

um seine Ruhelage z_0 (q : momentane Auslenkung), welche auch der eingestellten Höhe des Hebelarms über der Probe entspricht. Weiterhin kann eine spezifische Resonanzkurve des Hebelarms erstellt werden, die die Abhängigkeit seiner Amplitude \hat{A} von der Anregungsfrequenz ω_{drive} nach Gleichung (3) wiedergibt. Typischerweise ergibt sich bei der Anregung mit seiner Resonanzfrequenz ($\omega_{drive} = \omega_0$) die größte Schwingungsamplitude. Die Resonanzkurve eines beispielhaften Hebelarms im freien Schwingungszustand ist in Abbildung 2 gezeigt.

Wie bereits in dem Theorieteil des ersten F-Praktikums erwähnt, geschieht die äußere Anregung durch einen weiteren Piezokristall, der an den Hebelarm angeschlossen ist. Bis jetzt wurde der Hebelarm nur als frei schwingend betrachtet. Hierbei befindet sich die Spitze nur im Potential des Hebelarms

$$V_C = \frac{1}{2} \cdot k \cdot q^2 \quad (5)$$

welcher als Balkenfeder mit der Masse m betrachtet wird. Zur Vereinfachung wird angenommen, dass nur eine Punktmasse der effektiven Masse $m^* < m$ am Ende des Balkens schwingt und der restliche Balken als masselos angesehen wird. Wird der Hebelarm jedoch dichter an die Probe gefahren, dringt die Spitze im unteren Teil der Schwingung in das Wechselwirkungspotential V_{WW} von sich und der Probe ein, was dann die Schwingungseigenschaften des Hebelarms beeinflusst.¹

Das Potential des Hebelarms V_C und das Wechselwirkungspotential V_{WW} ergeben ein gemeinsames Potential. Auf die Spitze wirken effektiv und entgegengesetzt zueinander die Rückstellkraft des schwingenden Hebelarms F_C und die Wechselwirkungskraft F_{WW} durch die Probe. Es muss also eine effektive Federkonstante k_{eff} betrachtet werden, die den zusätzlichen Kraftgradienten der Wechselwirkung berücksichtigt:

$$F_{eff} = F_C - F_{WW} \quad (6)$$

$$k_{eff} = \frac{\partial F_{eff}}{\partial q} = \frac{\partial F_C}{\partial q} - \frac{\partial F_{WW}}{\partial q} = k - F'_{WW} \quad (7)$$

Die Änderung der Federkonstante resultiert in einer Änderung der Resonanzfrequenz des schwingenden Systems. Es ergibt sich dann, abhängig von der Entfernung von Hebelarm und Oberfläche, die neue Resonanzfrequenz:

¹ Diese Veränderung gilt es später zu messen und hinsichtlich der Topographie zu analysieren.

$$\begin{aligned}
 \omega &= \sqrt{\frac{k_{eff}}{m^*}} = \sqrt{\frac{k - F'_{WW}}{m^*}} = \sqrt{\frac{k \left(1 - \frac{F'_{WW}}{k}\right)}{m^*}} \\
 &= \sqrt{\frac{k}{m^*}} \cdot \sqrt{1 - \frac{F'_{WW}}{k}} = \omega_0 \sqrt{1 - \frac{F'_{WW}}{k}}
 \end{aligned} \tag{8}$$

wobei ω_0 der Resonanzfrequenz ohne Wechselwirkung entspricht. Nimmt man zur Vereinfachung und besseren Veranschaulichung an, dass der Kraftgradient sehr viel kleiner als die Federkonstante ist, $F'_{WW} \ll k$, dann erhält die neue Resonanzfrequenz den Ausdruck

$$\omega = \omega_0 \left(1 - \frac{F'_{WW}}{2k}\right) \tag{9}$$

und es ergibt sich folgende Resonanzverschiebung des Systems:

$$\Delta\omega = \omega - \omega_0 = -\frac{F'_{WW}}{2k} \tag{10}$$

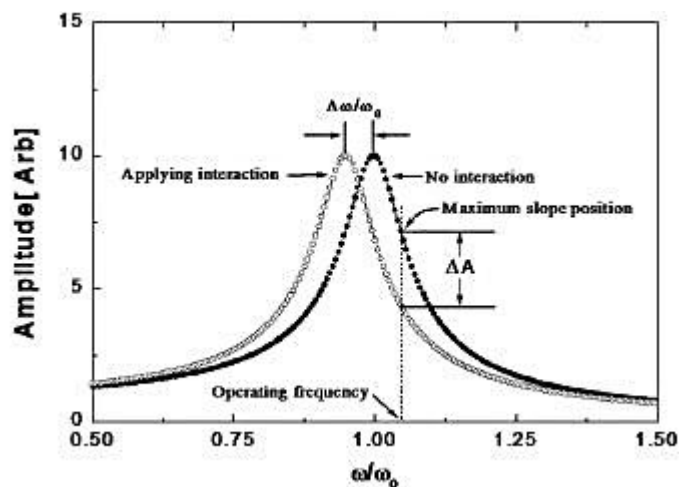


Abbildung 2: In dem Diagramm wurden die Amplitudenwerte eines beispielhaften Hebelarms im dynamischen Modus gegen das Verhältnis von Anregungsfrequenz ω und Resonanzfrequenz ω_0 aufgetragen. Die schwarze Kurve stellt die Resonanzkurve außerhalb des Wechselwirkungspotentials dar, die graue Kurve zeigt die verschobene Resonanzkurve bei der Wechselwirkung.

Die Wechselwirkung mit der Probe und der dabei herrschende Kraftgradient sorgen also für eine Resonanzverschiebung. Dabei gilt: Je kleiner der Abstand zwischen Hebelarm und Oberfläche ist, umso größer ist der Kraftgradient und damit die Resonanzverschiebung. Die Resonanzfrequenz wird dann zunehmend kleiner. Weiterhin verschiebt sich auch die gesamte Resonanzkurve um das jeweilige $\Delta\omega$ (siehe Abbildung 2).² Wird das System jetzt weiterhin mit der gleichen Anregungsfrequenz ω_{drive} und der Anregungsamplitude \hat{A}_{drive} angeregt, kommt durch die neue Resonanzfrequenz nach

² In Abbildung 2 entspräche das einer Verschiebung der Kurve nach links.

Gleichung (9) auch eine neue Schwingungsamplitude \hat{A} der Spitze und des Hebelarms zustande. Je nachdem, ob ω_{drive} oberhalb oder unterhalb von ω_0 liegt, wird \hat{A} kleiner oder größer. Auch dies kann dem Diagramm von Abbildung 2 entnommen werden.

Während der Rasterung in einem dynamischen Nicht-Kontakt-Modus wird durch das Detektionssystem sowohl die Frequenz als auch die Amplitude des Hebelarms aufgenommen. Die Auswertung und Auftragung der Topographie ist dann davon abhängig, ob der Modus geregelt oder ungeregelt erfolgt, was unter die Begriffe *Constant Amplitude Mode* und *Constant Height Mode* fällt.

2.2.1. CONSTANT HEIGHT MODE

Dieser Modus wird sehr bedient wie im statischen Kontakt-Modus. Auch hier wird der Hebelarm auf einer festen Höhe z_0 über der Probe gehalten und in dieser über die Probe gefahren. Es wird dann nur die Amplitudenänderung registriert, um damit die Oberfläche zu rekonstruieren.

Auch hier hat die fehlende Regelung den Vorteil, dass die Rasterung sehr schnell erfolgen kann. Jedoch kann es problematisch werden, wenn die Probe wieder stark uneben ist oder schief zum Hebelarm steht. So kann es passieren, dass die Oberfläche sich zu weit entfernt, um mit der Spitze in Wechselwirkung zu treten, oder dass sich Spitze und Oberfläche berühren und keine Schwingung ohne Kontakt mehr möglich ist. Dieser Modus wird daher so gut wie nie verwendet.

2.2.2. CONSTANT AMPLITUDE MODE

Dies ist das Äquivalent zum Constant-Force-Mode, bei dem auch während der Rasterung die Höhe z geregelt wird. Dadurch erhöht sich zwar die Rasterzeit, es können jedoch auch unbekannte oder stark unebene Proben ohne Probleme mikroskopiert werden.

Wie im ungeregelten Modus wird der Abstand zur Probe zunächst so sehr verkleinert, bis eine Wechselwirkung zu erkennen ist, und auf eine beliebige, mittelgroße Amplitude der Schwingung eingestellt. Diese Amplitude wird dann im Regelkreis als Sollwert \hat{A}' festgelegt. Erfährt die Schwingung nun während der Rasterung bedingt durch eine Unebenheit auf der Probe eine Änderung seiner Amplitude \hat{A} , so registriert der Regelkreis die Differenz

$$\Delta = \hat{A}' - \hat{A} \quad (11)$$

zwischen Ist-Wert und Sollwert und versucht diese sofort auszugleichen. Dies geschieht, indem mithilfe der Stellelemente z dahingehend nachgeregelt wird, dass $\hat{A} = \hat{A}'$ und dadurch der Abstand zwischen Probe und Spitze konstant bleibt. Ist an einem Rasterpunkt $\Delta > 0$, so hat sich die Probe von der Spitze entfernt und deshalb die Amplitude abgenommen. Der Hebelarm muss also dichter an die Oberfläche herangefahren werden. Ist $\Delta < 0$, hat die Amplitude zugenommen. Probe und Spitze müssen sich genähert haben und der Hebelarm muss weggefahren werden. In beiden Fällen entspricht die geregelte Änderung der Höhe $z[(x, y)]$ an einem Punkt der Änderung der Topographie $T[(x, y)]$ und kann somit direkt als Abbildung der Oberfläche genutzt werden.

Eingesetzt wird der Nicht-Kontakt-Modus zum einen immer dann, wenn man relativ weiche, empfindliche Proben messen will, wie beispielsweise biologische Proben, bei denen nur mit sehr geringen

Auflagekräften gearbeitet werden darf. Im Kontakt-Modus könnten sich bei solchen Proben die Oberflächenstrukturen stark verändern. Andererseits lassen sich in diesem Modus auch langreichweitig attraktive und repulsive elektro- und magnetostatische Kräfte und Kraftgradienten empfindlich detektieren. Dies wird vor allem in den Bereichen der Magnetkraftmikroskopie und der Kelvinsondenmikroskopie ausgenutzt.

2.3. INTERMITTIERENDER MODUS

Der intermittierende Modus kann als wechselnder oder unterbrechender Modus verstanden werden. Grund hierfür ist, dass die Spitze nur zeitweise mit der Probe in Kontakt steht, um ihre Beschaffenheit an einem Punkt abzutasten. Auch hier gibt es zwei Unterarten, wie ein solcher Modus betrieben werden kann. Zwar laufen die Messungen in beiden Untermodi geregelt ab, aber im *Pulsed-Force-Mode* wird der Hebelarm statisch bedient, wohingegen er im *Tapping Mode*[™] eine dynamische Ansteuerung, also eine hochfrequente Schwingungsanregung, erhält. Beide Modi haben in bestimmten Anwendungsbereichen ihre Vorzüge und werden deshalb kurz erläutert.

2.3.1. TAPPING MODE[™]

Dieser Modus erhielt die Bezeichnung Tapping Mode von dem Unternehmen „Digital Instrument“. Er ähnelt stark den dynamischen Nicht-Kontakt-Modi. Hier wird zunächst in einiger Entfernung zur Probe der Hebelarm zu Schwingungen angeregt, leicht oberhalb oder unterhalb der Resonanzfrequenz des freien Hebelarms. Hierbei werden jedoch viel größere Amplituden als im Nicht-Kontakt-Modus verwendet. Die Amplituden in Resonanzfrequenz ω_0 des freien Hebelarms sind meist um einiges größer als 10 nm, also weit außerhalb des Hauptwirkungsbereiches der attraktiven Van-der-Waals-Kräfte. Nähert man sich nun der Oberfläche, gerät die Spitze zwar teilweise ins attraktive Potential, aber bei einer weiteren Annäherung wird es dazu kommen, dass die Spitze am zur Probe gewandten Umkehrpunkt ihrer Schwingung diese leicht berühren wird („tapping“). Dieser Tipp verursacht einen Energieverlust der Spitze, wodurch sich ihre Amplitude im Moment der Berührung stark verkleinert, was auf Abbildung 3 veranschaulicht ist. Sie schwingt aber mit fester Frequenz und der „tapping-Amplitude“ \hat{A}_{tap} weiter und berührt immer am Minimum der Schwingung die Probe. Diese Amplitude ist nun ein Maß für den Abstand zwischen Oberfläche und Hebelarm. Es gilt: Je dichter der Hebelarm an die Probe fährt, desto weniger Raum besitzt die Spitze zum Schwingen und umso kleiner wird \hat{A}_{tap} .

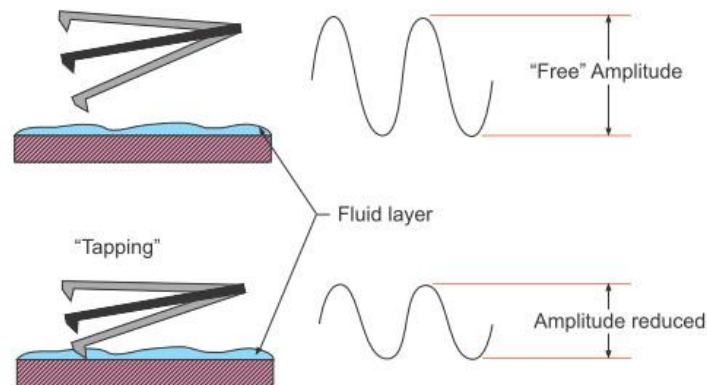


Abbildung 3: Schwingung des Hebelarms im Tapping Mode. Schwingung ohne Berührung der Oberfläche (oben) und Schwingung mit verkleinerter Amplitude beim Tippen auf die Oberfläche (unten).

Für eine Rasterung der Oberfläche wird dieses „tapping“ wie folgt ausgenutzt. Der Hebelarm wird zunächst so eingestellt, dass die Spitze immer am untersten Punkt ihrer Schwingung mit einem beliebigen \hat{A}_{tap} auf die Probe tippt. Genau wie im Constant Amplitude Mode soll die Höhe des Hebelarms auf diese Amplitude geregelt werden. Dafür wird sie als Sollwert $\hat{A}_{tap_{soll}}$ in den Regelkreis gegeben. Verändert sich nun die Topographie der Oberfläche, verändert sich auch \hat{A}_{tap} , da sich der Hebelarm-Proben-Abstand verändert hat. Da dieser konstant bei \hat{A}_{tap} gehalten werden soll, muss z nachgeregelt werden. Dieses Vorgehen geschieht an jedem Punkt (x, y) der Rasterung, wodurch die Werte $z[(x, y)]$ ein Abbild der Topographie $T[(x, y)]$ darstellen.

Dieser Modus hat mehrere Vorteile. Zum einen ist die Betriebsart höchst empfindlich für Topographieänderungen, da die Schwingung senkrecht zur Probenoberfläche passiert. Zum anderen kann die Kraft, mit der die Spitze auf die Probe drückt, sehr klein eingestellt werden und verändert sich durch die Regelung während des Rasterns im zeitlichen Mittel nicht. Die Probe wird somit nur wenig belastet, was wiederum für den Einsatz bei weichen (biologischen) Proben spricht. Weiterhin geschieht die Berührung nur für einen kurzen Moment, so dass die Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe geringer ist als im Kontakt-Modus. Dadurch kann hier eine wesentlich bessere Ortsauflösung erreicht werden.

Vorbereitungsaufgabe 4

Welche Gemeinsamkeiten und welche Unterschiede weisen der Constant Amplitude Mode und der Tapping Mode auf.

Vorbereitungsaufgabe 5

Äquivalent zu der Kraft-Abstand-Kurve der statischen Modi kann in dem dynamischen Betrieb eine *Amplitude-Abstand-Kurve* aufgenommen werden. Wie sähe diese für den Tapping Mode aus und wie ist sie zu erklären? Worin unterscheidet sie sich von einer im Nicht-Kontakt-Modus?

Literatur: [1], [2]

2.3.2. PULSED FORCE MODE

Dieser Modus ist einer der komplexesten, aber auch erkenntnisreichsten und in seiner Anwendbarkeit vielfältigsten Betriebsmodi. Die Bezeichnung bekam er, da die Spitze pulsierend bis zu einem bestimmten Punkt auf die Oberfläche gedrückt wird, um dabei die Kraft auf den Hebelarm zu messen. Doch das Aufdrücken, das Wegziehen von der Probe und das nachfolgende Verhalten des Hebelarms beinhalten viele weitere Informationen der Oberflächenbeschaffenheit.

Zunächst könnte vermutet werden, dass es sich auch hier um einen dynamischen Vorgang handelt, da der Hebelarm wieder eine sinusförmige Bewegung durchführt. Jedoch werden diesmal nicht der Hebelarm und seine Spitze durch einen zusätzlichen Piezo zu Schwingungen angeregt, sondern es wird der Piezo für die z-Richtung mit einer Sinus-Spannung versehen. Der Hebelarm bewegt sich dadurch statisch und über die Zeit betrachtet sinusförmig auf und ab. Die Frequenz dieser Schwingung muss weit unter der Eigenfrequenz des Hebelarms liegen und eine relativ hohe Amplitude besitzen (0,1 – 2 kHz, 10 – 500 nm). Die Grundhöhe des Hebelarms über der Probe wird jetzt so eingestellt, dass die Spitze im unteren Bereich der z-Schwingung die Probe kontaktiert, es zu einer Biegung des Hebelarms kommt und sie danach wieder von ihr wegbewegt wird. Es entsteht dadurch ein regelmäßiges Tippen auf die Oberfläche. Ein jeder Tippzyklus enthält dann die relevanten Informationen. In gewisser Weise ähnelt dieser Tippzyklus den Kraft-Abstand-Kurven im statischen Modus.

Auf der Abbildung 4 ist jeweils ein Kraft-Zeit-Diagramm zu erkennen, mithilfe derer das Verhalten des Hebelarms gut erklärbar ist. Solange sich der Hebelarm frei auf die Oberfläche zubewegt, ist keine Biegung zu erkennen. Gerät er dann in den attraktiven Bereich des Potentials, wird die Spitze von der Probe angezogen und „schnappt“ auf die Oberfläche, was als ein kurzer, starker Anstieg im negativen Kraftbereich zu verzeichnen ist (siehe Abbildung 4, Snap-in Peak). Es folgt die Kontaktzeit mit der Probe (siehe Abbildung 4, Contact Time), wobei der Hebelarm bis zur maximalen Auslenkung von z weiter heran gedrückt wird. Die Kraftkurve steigt deshalb bis zu einem Maximalwert F_{max} sinusförmig in den positiven Bereich an. Der Hebelarm wird nun wieder von der Probe weggefahren, die Kurve fällt und bewegt sich in den negativen Bereich, da die attraktiven Kräfte für eine zur Probe gerichteten Biegung des Hebelarms sorgen.³ An einem gewissen Punkt, in Abbildung 4 mit „Adhesion“ bezeichnet, springt die Spitze von der Probe weg. Diese ruckartige Bewegung versetzt den Hebelarm nun in eine eigenständige, gedämpfte Schwingung in seiner Resonanzfrequenz. Während eines Großteils der Periode der z-Schwingung kann die Eigenschwingung des Hebelarms nun abklingen, bis es zum nächsten „Snap-in“ kommt.

³ Die attraktiven Kräfte werden verstärkt, wenn sich auf der Probe eine zusätzliche Flüssigkeitsschicht befindet.

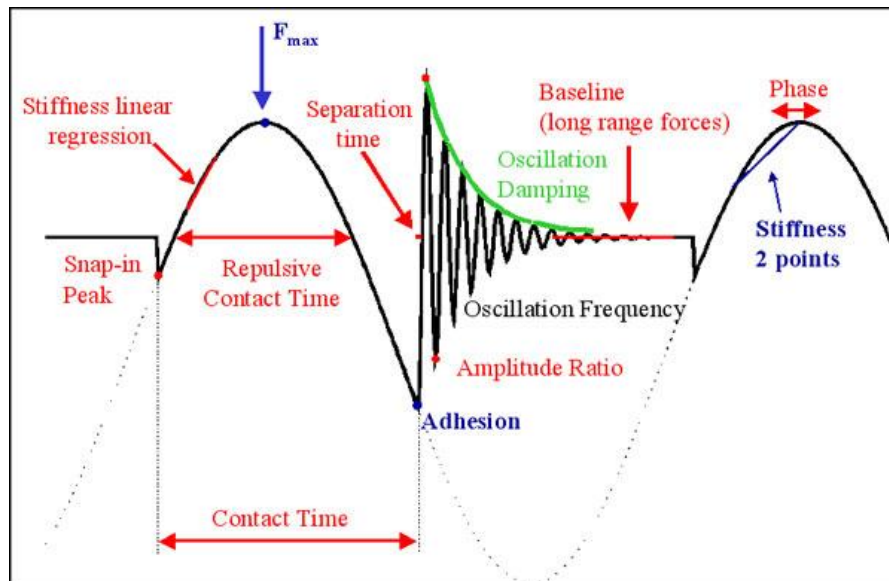


Abbildung 4: Theoretischer Zeit-Kraft-Verlauf des RKM im Pulsed Force Mode.

Aus dem Kurvenverlauf einer Periode kann anschließend Folgendes entnommen werden. Die relevante Information über die Höhe der Oberflächenatome gibt der Wert F_{max} , der vom Hebelarm-Proben-Abstand abhängt. Diese Messung und Auswertung erfolgt wie bei den Kontakt-Modi. Mithilfe des Kurvenanstiegs zwischen „Snap-in Peak“ und F_{max} kann eine Aussage über die Elastizität der Probe gemacht werden und mithilfe des Kraftwertes an der Adhäsionsspitze („Adhesion“) eine Aussage über die Anziehungskräfte und damit mögliche Flüssigkeitsschichten auf der Probe.

2.4. HILFREICHE LITERATUR

Diese Literatur sollten Sie zur Bearbeitung der Vorbereitungsaufgabe 4 nutzen

- [1] http://www.freidok.uni-freiburg.de/volltexte/311/pdf/Diss_Lydie_Delineau.pdf
- [2] Prater, C. B., Maivald, P. G., Kjoller, K. J., & Heaton, M. G. (kein Datum). *TappingMode Imaging - Applications and Technology*. Abgerufen am 16. September 2012 von Polymer Nanostructures Lab: http://zeus.plmsc.psu.edu/~manias/MatSc597/docs/di_tapping.pdf

3. VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Alle Messungen werden in diesem Teil im dynamischen *Tapping Mode* durchgeführt. Der dafür notwendige Hebelarm ($k = 2 \text{ N/m}$) sollte bereits vom Betreuer eingebaut worden sein.

Schalten Sie zunächst alle Geräte und Programme so ein, wie es die Bedienungsanleitung vorgibt.

Ihre Aufgabe wird zuerst sein, die richtigen Einstellungen und Kalibrierungen vorzunehmen. Erst danach können Sie erfolgreiche Messungen durchführen. Auch hierfür wird Ihnen weiterhin die **Bedienungsanleitung** zur Verfügung stehen.

3.1. KALIBRIERUNG DES LASERINTERFEROMETERS – Q-PUNKT

Aufgabenstellung: Führen Sie die Kalibrierung des Laserinterferometers durch.

- Stellen Sie den Abstand zwischen Glasfaser und Hebelarm so ein, dass sich die Spannung in der Nähe des Q-Punktes befindet.
- Bestimmen Sie den maximalen und minimalen Spannungswert des Laserinterferometers.

3.2. RESONANZKURVE

Aufgabenstellung: Nehmen Sie im frei schwingenden Zustand zu passenden Frequenzen die Amplitudenwerte des Hebelarms auf und stellen Sie diese in einer Resonanzkurve dar.

- Stellen Sie am Lock-In-Verstärker die Anregungsamplitude auf $0,080 \text{ A}$ und die Integrationszeit auf 30 ms .
- Suchen Sie mithilfe des Frequenzreglers und des Oszillators die Resonanzfrequenz f_0 des Hebelarms. Notieren Sie für diese Frequenz den RMS-Wert \hat{A}_{RMS} am Lock-In-Verstärker.
- Nehmen Sie anschließend die RMS-Werte für insgesamt dreißig weitere Frequenzen oberhalb und unterhalb von f_0 auf, empfohlen in 50-Hz -Schritten.

3.3. KALIBRIERUNG DER SOFTWARE MIT EINER EICHPROBE

Aufgabenstellung: Kontrollieren Sie mithilfe einer geeigneten Probe die eingestellten Richtungsparameter in GXSM.

Im Folgenden werden Sie eine besondere Eichprobe verwenden. Auf eine glatte Oberfläche werden Latexkugeln mit gleichem Durchmesser aufgebracht, die sich einlagig zu einer Packung dichtester Kugeln verbinden. Auf diese Kugeln wird anschließend eine dünne Schicht Gold aufgetragen. Danach werden die Kugeln mithilfe einer Lösung wieder von der Oberfläche entfernt. Zurück bleibt das Negative der hexagonal angeordneten Kugeln. Es ist aufgrund regelmäßiger Abstände sehr gut zum Kalibrieren und zum Überprüfen von Kalibrierungen geeignet.

- Legen Sie vor der Messung einen neuen Ordner an (*Daten-> F-Praktikum Teil 2 -> Datum_Namen*). Betätigen Sie auch den Button für automatisches Speichern.
- Legen Sie die Latexkugel-Probe auf das Mikroskop und fahren Sie sie an den Messkopf.
- Stellen Sie den Setpoint und den Q-Punkt richtig ein.
- Starten Sie eine Messung mit folgenden Startwerten:
 - Scanbereich: $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$
 - Pixelanzahl: 256×256
 - Scan-Geschwindigkeit: $10000\ \text{\AA}/\text{s}$
 - CI/CP: 1,5 / 1,5
- Sollten die momentanen Scan-Ergebnisse es zulassen, erhöhen Sie schrittweise Geschwindigkeit und Regelparameter. Notieren Sie am Ende der Einstellungen alle Parameter.
- Öffnen Sie nach der Messung die Topographie-Datei in Gwyddion. Führen Sie zuerst einige Verbesserungen am Bild durch.
- Messen Sie nun mithilfe des entsprechenden Tools die Abstände zwischen Kreismittelpunkten aus. Nehmen sie mehrere Messungen über mehrere Kreise hinweg vor und notieren sie diese. Welcher Mittelwert ergibt sich?
- Vergleichen sie den Mittelwert mit dem auf der Probenverpackung angegebenen Wert der Kugeldurchmesser. Sind die eingestellten Messparameter in GXSM einigermaßen korrekt?
- Diskutieren Sie untereinander und mit dem Betreuer über die weiteren Strukturmerkmale ihrer Aufnahme. Gibt es Unregelmäßigkeiten oder unerwartete Goldflächen?

3.4. AMPLITUDE-ABSTAND-KURVE

Aufgabenstellung: Nehmen Sie mit GXSM eine Amplitude-Abstand-Kurve auf.

- Lassen Sie die Eichprobe aufgelegt.
- Nehmen Sie mit GXSM eine Amplitude-Abstand-Kurve auf. Wählen Sie eigenständig Start- und Endwert der Messung und verändern sie diese solange, bis sie zufriedenstellende Ergebnisse erzielen. Wichtig: Beginnen Sie mit kleinen Werten.
- Speichern Sie die Daten als .asc-Datei und als Bild in Ihrem Ordner.
- Diskutieren Sie kurz, welche Wirkungsbereiche und welches Verhalten des Hebelarms sich der Kurve zuordnen lassen.
- Nehmen Sie am Ende die Probe wieder vom RKM.

3.5. VERSCHIEDENE PROBEN

Aufgabenstellung: Untersuchen Sie die Oberfläche einer beliebigen Probe.

- Wählen Sie sich eine der zur Verfügung stehenden Proben aus und untersuchen Sie ihre Oberflächenbeschaffenheit.
- Überlegen Sie sich dabei selbst, wie Sie die Messung angehen und ob Sie weitere, detailliertere Aufnahmen machen möchten/müssen, um konkrete Aussagen über die Struktur zu machen.
- Nehmen Sie am Ende die Probe wieder vom RKM.

Schalten Sie alle Programme ordnungsgemäß aus.

Lassen Sie sich zum Abschluss des Versuches alle Messergebnisse vom Betreuer mitgeben oder zuschicken.

4. HINWEISE ZUR PROTOKOLLANFERTIGUNG

Folgende Punkte sollen Sie bei Ihrer Auswertung und der Anfertigung des Protokolls berücksichtigen.

Aufbau des Protokolls:

- Deckblatt
- Inhaltsverzeichnis
- Theoretische Überlegungen (nur die Antworten auf die *Vorbereitungsaufgaben*)
- Experimentieraufbau (kurz und knapp: Aufbau des verwendeten RKM, Funktion der Bestandteile)
- Aufgabe 1 – 5 (jeweils: Durchführungsbeschreibung, Beobachtungen, Messungen und Auswertung nach unten genannten Kriterien)
- Literaturverzeichnis

Zur Auswertung benötigen Sie neben Ihren Notizen und Aufnahmen während der Durchführung das Programm *Gwyddion* und ein Plotprogramm, bspw. *QtiPlot* oder *gnuplot*.

4.1. ZU 3.1) KALIBRIERUNG DES LASERINTERFEROMETERS – Q-PUNKT

Geben Sie die Spannungswerte der Extrema und des Q-Punktes an. Es ist Ihnen überlassen, ob Sie zusätzlich eine kurze Beschreibung über die Kalibrierung ins Protokoll nehmen möchten.

4.2. ZU 3.2) RESONANZKURVE

Beschreiben Sie kurz die Durchführung.

Tragen Sie die Amplitude \hat{A} in nm gegen die Frequenz f in kHz auf. Dafür müssen Sie zunächst die \hat{A}_{RMS} -Werte in \hat{A} -Werte umrechnen und danach von V in nm. Geben Sie alle Werte in einer Tabelle an. Erläutern Sie auch die Umrechnungen.

Führen Sie an ihren aufgetragenen Werten einen Fit mit der Gleichung (3) aus 2.2 durch. Nehmen Sie als Startwerte $\hat{A}_{drive} = 0,5$ nm und $Q = 100$. Ermitteln Sie daraus die „wahren“ Werte für f_0 und Q .

Fügen Sie ihre Grafik mit den aufgetragenen Punkten und der Fit-Kurve in das Protokoll ein.

4.3. ZU 3.3) KALIBRIERUNG DER SOFTWARE MIT EINER EICHPROBE

Geben Sie Ihre Kenntnisse über die verwendete Probe wieder und beschreiben Sie die Durchführung.

Erläutern Sie anhand Ihrer Aufnahme die Struktur der Oberfläche, auch mit den besprochenen Besonderheiten, und listen Sie ihre gemessenen Abstände auf. Geben Sie zudem den Mittelwert und die Abweichung vom wahren Wert an.

4.4. ZU 3.4) AMPLITUDE-ABSTAND.KURVE

Beschreiben Sie kurz, wie Sie die Kurve mit GXSM aufgenommen haben.

Tragen Sie die Werte aus der .asc-Datei in einem Amplitude-Abstand-Diagramm gegeneinander auf. Dafür müssen sie zunächst die aufgenommenen Spannungswerte mit dem Faktor 10 multiplizieren und mithilfe der passenden Gleichung aus der **Bedienungsanleitung** in nm umrechnen. Benutzen Sie dazu die gemessenen Werte aus Aufgabe 1. Geben Sie auch die Abstandswerte in nm an.

Stellen Sie ihre aufgetragene Kurve im Protokoll dar und benennen Sie die unterschiedlichen Abschnitte, wie Sie sie bereits während der Durchführung ausgewertet haben.

4.5. ZU 3.5) VERSCHIEDENE PROBEN

Analysieren Sie anhand vom Betreuer vorgegebener Punkte oder selbstgewählter Kriterien die aufgenommene Topographie der gewählten Probe. Fügen sie außerdem ein Bild mit in die Auswertung ein.