Scanning Probe Microscopy

UHV AFM/STM Bedienungsanleitung



©OMICRON Vakuumphysik GmbH, 1998

Schabernig Manfred, IAP/TU-Wien, 2000

Kurze Bemerkung:

Die folgende Bedienungsanleitung für ein Omicron UHV AFM/STM mit ausgewählten Beispielen wurde im Zuge einer Projektarbeit für das Lehramtstudium Physik angefertigt. Diese Anleitung ist für Physikstudenten, die sich für Rastersondenmethoden interessieren und ein Praktikum an diesem Mikroskop durchführen wollen, gedacht. Mit den dargestellten einfachen Beispielen und einer Beschränkung auf nur einen Teilbereich der Software ist es möglich, recht eindrucksvolle Bilder von den beschriebenen Oberflächen zu erhalten. Die eigentliche Arbeit am Gerät muß aber trotzdem unter Aufsicht erfolgen, da für die kurze Zeit, die bei einem Praktikum zur Verfügung steht, nicht die notwendige Routine für die Handhabung angelernt werden kann.

Inhaltsverzeichnis

I.) Einführung in Rastersondenmethoden

Rastertunnelmikroskopie (Scanning Tunneling Microscopy) Atomkraftmikroskopie (Atomic Force Microscopy)

II.) Information

Was ist wichtig bei diesem Gerät

III.) Meßmoden

Der STM Mode

Änderung des Loop Gains

Max Scan Range

Drift

Speicherung der Rohdaten

Was kann man mit den Rohdaten machen?

Fast Fourier Transformation

Der AFM-Contact-Mode

AFM Adjustment

Die Kraftkalibrieung

IV.) Beispiele

Gold auf Silizium

Glimmer atomare Auflösung

Lithiumfluorid in atomarer Auflösung

Und zum Abschluß noch etwas Korund (Al_2O_3)

V.) Literaturverzeichnis

Einführung in Rastersondenmethoden

Rastertunnelmikroskopie (Scanning Tunneling Microscopy)

Bei der Rastertunnelmikroskopie wird mit Hilfe einer sehr feinen elektrisch leitenden Spitze die Struktur der zu untersuchenden Oberfläche in x- und y-Richtung abgerastert (siehe Abbildung). Die dabei gewonnenen Messwerte werden dann mit Hilfe eines Computers zu einem Bild zusammengesetzt. Zwischen Spitze und Probe wird eine Spannung angelegt (typisch < 3 V) und der bei sehr geringen Abständen fließende, nur quantenmechanisch zu erklärende Tunnelstrom gemessen, der mit folgender Formel berechnet werden kann:

 $I = f(U) \exp(-A\sqrt{\phi}d)$

I: Tunnelstrom
U: Extern angelegte Spannung
d: Distanz zwischen Probe und Oberfläche
φ: Barrierenhöhe

f(U): Funktion der elektronischen Struktur von Probe und Spitze, für freie Elektronen kann man $f(U) \sim U$ nähern.

$$A = 2\sqrt{2m/\hbar^2} = 1,025 \text{ Å}^{-1} \text{eV}^{-1/2}$$

Mit einer typischer Austrittsarbeit von $\phi = 4,5eV$ ändert sich der Strom etwa um eine Größenordnung, wenn die Distanz um 1Å verändert wird.

Der Tunnelstrom hängt also exponentiell vom Abstand d zwischen Spitze und Probe ab und er dient als Regelparameter für die Ansteuerung der Rastereinheit in z-Richtung. Die Rastereinheit besteht zumeist aus einem sogenannten Röhrchenscanner, dessen Ausdehnung bzw. Verbiegung durch Anlegen von Spannungen variiert wird.



Es gibt zwei verschiedene "Betriebsmoden" deren Unterschiede jetzt erklärt werden sollen: Im sogenannten Konstantstrom-Modus (CCM "constant current mode") wird, wie schon der Name sagt, der Strom konstant gehalten. Die Spitze wird dabei, entsprechend der topographischen Oberflächenstruktur durch Veränderung der z-Richtung, nachgeregelt. Die sich daraus ergebende Bilder sind ein direktes Abbild der elektronischen Zustände. Der Loop Gain ist bei diesem Betriebsmodus sehr hoch und dadurch eignet sich dieser Modus für unebene Topographie besser als der Constant Height Mode (CHM), da die Steuereinheit schneller auf "Berge und Täler" reagiert. Im Constant Height Modus erzeugte Messungen werden als Strombilder (CI "current image") bezeichnet, da die Information über die elektronische Oberflächentopographie über den Strom ermittelt wird. Er ist verhältnismäßig träge, da der Loop Gain klein ist und birgt daher die Gefahr der ungewollten Kollision der Spitze mit der Probe. Die Information über die Oberfläche, die man aus den Strömen bekommt, ist sehr genau, da jede kleinste Strukturänderung sich in einer entsprechenden Stromänderung ausdrückt. Mit diesem Modus kann man auch noch mit einer alten Spitze, die keinen hohen Loop Gain mehr erlaubt, gute Bilder erhalten. Es ist nur wichtig, mögliche Kollisionen mit der Oberfläche durch geeignet flache Teilbereiche zu vermeiden.

Gut geeignete Untersuchungsobjekte für Rastertunnelmikroskope sind Halbleitermaterialien. In den meisten Fällen ist ihre Gitterkonstante 50% größer als die des Spitzenmaterials. Damit sind gute Voraussetzungen für eine atomare Auflösung gegeben. Mit dem STM ist man in der Lage, Details in der Umgebung eines Atoms aufzulösen und dort Untersuchungen oder Manipulationen durchzuführen.

Atomkraftmikroskopie (Atomic Force Microscopy)



©cluster.fkp.uni-hannover.de, 1997

Genau wie man einen unbekannten Gegenstand im Dunklen mit dem Finger abtastet wird bei der Rasterkraftmikroskopie (Atomic Force Microscopy, AFM) die Probe mit einem winzigen Hebel abgetastet (s.o.). Damit lassen sich Strukturen mit wenigen Ångstrom ($1\text{\AA} = 10^{-10} \text{ m}$) Höhe und einigen Nanometern (1nm = 0,000001 mm) Breite untersuchen.

Beim AFM wird die Kraft zwischen der Sonde, im folgenden Spitze genannt, und der Probe gemessen. Die Spitze ist dazu an einem winzigen Hebel (Cantilever, kurz Lever, Länge typischerweise 0,4mm) angebracht. Wird durch die Wechselwirkung zwischen der Spitze und der Probe eine Kraft auf die Spitze ausgeübt, so führt dies zu einer Verbiegung des Hebels. Diese Verbiegung kann mit Hilfe eines Lichtzeigers gemessen werden.



Auf der rechten Seite ist die Verbiegung durch vertikale Kräfte, auf der linken die Torsion des Levers durch laterale Kräfte dargestellt. Der Laserstrahl wird auf die Rückseite des Levers fokussiert (s.o.). Der vom Lever reflektierte Strahl wird dann auf einen positionsempfindlichen Detektor (PSD), der aus einer vierfach segmentierten Photodiode besteht, gelenkt. Eine Verbiegung des Levers bewirkt eine Verschiebung des Laserstrahls auf dem PSD, die durch die Auswertung der Signale von den einzelnen Segmenten gemessen werden kann. Der große Vorteil dieser Methode besteht darin, daß sowohl die Verbiegung als auch die Torsion des Levers gleichzeitig gemessen werden können. Dadurch ist es möglich, vertikale Kräfte von lateralen zu unterscheiden und somit nicht nur die Topographie sondern auch Reibungsphänomene mit hoher Ortsauflösung zu messen.

6

Information

Was ist wichtig bei diesem Gerät

- So wenig Erschütterungen wie möglich, denn die gesamte Apparatur ist empfindlich!
- Die Plattform des AFM/STM hat zwei verschiedene Positionen "arretiert", daß entspricht der fixierten Transportstellung die auch für den Wechsel der Cantilever und der Proben benötigt wird und "unten" auf der Wirbelstromdämpfung, welche die eigentliche Betriebsstellung ist.
- Beim Wechsel in der arretierten Stellung ist es sehr wichtig, daß der Piezo ganz nach hinten in das Gehäuse gefahren wird, denn sonst wird dieser beim Hochheben der Plattform zerstört. Die Plattform wird mit dem Handrad, welches an der Unterseite ist, entriegelt. ACHTUNG: nicht loslassen, da Federn die Stangen leicht nach oben drücken!! Die Plattform wird oben mit dem Handrad durch Rechtsdrehen fixiert.
- Die Proben müssen immer vorne in und aus dem Karussell genommen werden und die Spitzen hinten, da sie nur so richtig in das AFM/STM eingesetzt werden können. Mit dem Wobblestick ist keine Drehung möglich!
- Ist der richtige Mode im Scala Pro 3.0 Fenster eingestellt ? (STM, AFM-Contact, AFM-Noncontact)
- Ist die Feedback Loop aktiviert, denn nur so kann eine Beschädigung der Spitze vermieden werden.
- Bei der Näherung mit der Hand vor dem Autoapproach ist auf die Spitze zu achten damit man nicht an die Oberfläche stößt. Wichtig dabei ist es zu wissen, ob die Probe eine spiegelnde oder transparente Oberfläche hat.
- Bei spiegelnde Oberflächen kann man auf die Spiegelung achten und so eine Kollision verhindern. Wenn die Fläche nicht spiegelt muß man schon früher stoppen und auf Autoapproach schalten.
- Beachte außerdem, daß die Kamera üblicherweise schräg über der Probe steht und so diese stark perspektivisch verzerrt sein kann.
- Alle Werte und Einstellungen in diesem Skriptum sind im Prinzip richtig sie sind aber von der speziellen Situation abhängig, denn jeder Cantilever verhält sich ein bißchen anders und so kann es sein, daß man mit anderen Werten bessere Ergebnisse bekommt.
- Man überprüfe alle Einstellungen bevor man mit einer neuen Messung beginnt!
- Beim Auto Approach mit dem STM ist der Loop Gain auf 1% zu stellen. Erst nach der Annäherung darf man höhere Werte verwenden.
- Beim Auto Approach mit dem AFM ist der Loop Gain auf 5% zu stellen, wenn es bei dieser Einstellung zu Oszillationen kommt, dann ist hierbei schon ein niedriger Wert einzustellen. Erst nach dem Approach darf man, gleich wie beim STM, den Loop Gain so hoch wie möglich einstellen.
- Ein Umschalten zwischen den Skalen während der Messung führt zu einer Beschädigung des Gerätes und ist deshalb nicht ratsam.
- Alle Sichtfenster sind vor der Messung abzudecken, da Streulicht von außen den Detektor treffen und so die Messung verfälschen kann.
- Es ist besser zu viele Daten und Bilder aufzunehmen als zu wenige.
- ACHTUNG: Die Lichtquelle wird normalerweise ausgeschaltet, wenn das Fenster geschlossen wird. Wenn man im Hauptmenü Exit drückt, bleibt sie aber eingeschaltet. Die Lichtquelle darf während der Messung oder beim Autoapproach keinesfalls ausgeschaltet werden, da sonst die Feedbackloop nicht mehr arbeitet und so möglicherweise die Spitze in die Probe gefahren wird.

Meßmoden

Der STM Mode

Wenn man die richtige STM-Spitze und eine Probe eingesetzt hat, kann man die Kamera an dem oberen Sichtfenster positionieren und dann mit dem Einschalten der Software beginnen. Dazu muß man zuerst die Scala Pro 3.0 Software aufrufen, im erscheinenden Fenster den Login-Namen eingeben und Login drücken. Bei der Other-users-settings wählt man den entsprechenden Namen und im Measurement folgende Fenster:

SCALA PRO 3.0	
User: User Scanner: STM .SCA	
Mode: Simulated Measurement + Data Processing	🖸 Z Control
Windows: 🔽 Measurement	Z Output Settings
	Feedback Loop
Measurement Control	Z Offset: 0.00 nm Set Zero
Dual	
Gap Voltage: + 0.100 V 10V	Slider Limits: 0.00 108.00 nm
Feedback Set 0.500 nA 50nA	Z Speed: 1000.00 nm/s
	Z Output Gair 0.1
	Z Input Settings
Scan Speed: 57.47126 nm/s 14400 nm/s	Automatic Z zero
	Z Input Gain: 10.0
Frame Position: Frame Angle:	Plane substract mode
0.00 deg	
X/Y Position:	Measurement Topography Preset
0.000000 nm	Input Channels No. Points: 300
0.000000 nm	Forward Backward No. Lines: 300
Width/Height	Topo. Data / Frame:
10.00000 nm	1.37 MB
10.00000 nm	1.37 MB
R flom	
Frame Angle:	(Feedback signal: I)
X-Offset	
Y-Offset	
Zoom:	
Const Line Freq Mouse Control: Zoom / Offset	
Start Store All Abort	Reset
Pause Store Frame Help	
Frame Mode Reset VSG Close	

Jetzt kann man das AFM/STM absenken und mit dem Approach mit Hilfe der Steuereinheit beginnen. Als erstes muß dazu aber die Kamera auf die STM-Spitze fokusiert werden, damit man mit Hilfe des Monitors die Annäherung durchführen bzw. beobachten kann.



AFM/STM Blick von oben ©IAP/TU-Wien, 2000



STM Spitze ©IAP/TU-Wien, 2000

Mit der Steuerung im Menü Sample Position wird durch Drücken von Approach, entspricht der Taste –F3, die erste Annäherung durchgeführt. ACHTUNG: Die Geschwindigkeit bei Bedarf mit Speed ändern und achten wie weit man fahren darf (MONITOR!!) Bei reflektierenden Flächen mit dem Spiegelbild arbeiten!! Zurück geht es mit Retract (entspricht +F3). Es ist besser schon zu früh mit Auto-Approach zu beginnen, als ein bißchen zu spät!!



Bild der Steuereinheit ©IAP/TU-Wien, 2000



AFM Cantilever und sein Spiegelbild ©IAP/TU-Wien, 2000

Wenn man diese Schritte durchgeführt hat, so wird man im Measurement Control Fenster im oberen Teil an Hand des waagrechten grünen Balkens sehen, ob und wie gut die Annäherung durchgeführt wurde.

- Bleibt der grüne Balken in der Mitte, so ist alles richtig verlaufen und man kann mit der Messung beginnen.
- Wenn der Balken im oberen roten Teil oder dessen Nähe bleibt, so ist der Piezo zu weit ausgefahren und man muß mit Backward, einen großen Schritt (gr. Speed) Retract und dann wieder mit Forward, so lange probieren, bis man in die Mitte kommt (Speed ändern, ändert die Schrittgröße!).
- Bleibt der Balken unten stehen im grünen Teil oder dessen Nähe, so muß umgekehrt vorgegangen werden. Zu erst Backward, dann großer Schritt Approach und dann wieder Forward.

Als nächstes muß man einige Grundeinstellungen überprüfen und kann dann mit der ersten Messung am besten am HOPG (highly orientated pyrolytic graphite) beginnen. Es hat sich als gut erwiesen, folgende Werte zu verwenden:

7 Control			M 😡 M	easurement Co	ntrol	
Z Output Settings				🗖 Dual		
Feedback Lo	oop			Gap Voltage:	+ 0.100 V	10∨
Z Offset:	0.00 nm	Set Zero		Easthack Sat	0.500 p.4	EOnA
				Feedback Set		
Slider Limits:	0.00	108.00 nm		Loop Gain:	1.00 %	
Z Speed:	000.00	nm/s		Scan Speed:	19.96008 nm/s	14400 nm/s
Z Output Gair	0.1	1		Scan Speed.		14400 1111/3
Z Input Settings						
Automatic Z :	zero			Frame F	osition:	Frame Angle: 0.00 deg
Z Input Gain:	10.0	1				X/Y Position:
						0.000000 nm
Plane substract n	node			nm	.	Width/Height
😡 Measurement	t Topography F	Preset _OX				10.00000 nm
Input Cl	hannels Rockword	No. Points: 300				10.00000 nm
		No. Lines: 300			0.0nm	
		Topo. Data / Frame:	Fran X-Of	me Angle:		
ID 10	10	Total Data / Frame:	Y-01	ffset:		
	\mathbf{V}	1.37 MB	Zoo	m:		
E Phi-Phi0	🗖 Phi-Phi0	STM		Const Line Freq	Mouse Control:	Zoom / Offset
🗖 F-F0	🗖 F-F0	(Feedback signal: I)				
FN FN	FN FN					

Was macht eine Änderung des Loop Gains?



- ©Thermo Microscopes, 1993-2000
- Loop Gain klein → Das STM arbeitet im Constant Height Mode und gemessen wird der Tunneling Current.
- Loop Gain groß \rightarrow Das STM arbeitet im Constant Current Mode.

Scan Speed nicht zu groß da die Gefahr der Spitzenschädigung an topographischen features besteht. Bei der Aufnahme topographischer Daten ist auf möglichst hohen Loop Gain zu achten. Mit neuem Cantilever sind Loop Gains von ca. 20% möglich. Zu hoch eingesstellten Loop Gain erkennt man an Oszillationen im Linemode bzw. am Oszilloskop.

Max Scan Range

Der Max Scan Range liegt bei 5300 nm wenn der Frame Angle bei 0 deg. bleibt und wird in der Abbildung durch das grüne Quadrat angezeigt. Generell zeigt das grüne Quadrat die Scan Area, es wird gemäß dem Scan Angle verdreht dargestellt. Bei sehr kleinen abgescannten Flächen (unter 20nm) sieht man nur mehr ein kleines blaues Quadrat in der Mitte des rot strichlierten Bereiches. Bei gelber bzw. roter Verfärbung des Quadrates ist der Scan Range zu groß für den angegebenen Scan Angle. Der stärkere färbige Strich an einer Seite des Quadrates zeigt die Position der ersten Scan Line an. Er verändert seine Lage durch unterschiedliche Einstellungen des Frame Angels. Veränderte Scan Angles können zur Überprüfung von Daten eingesetzt werden, da sich bei Verdrehung des Scannbereiches an der Struktur nichts wesentliches, außer der entsprechenden Verdrehung, ändern darf.





Drift

Bei einer zu großen Drift, sichtbar durch schiefe Linen bei der Darstellung im Line-Mode, ist die Scan-Speed zu erhöhen.



Eine wichtige Einstellung für die Überprüfung der Drift und für die Betrachtung einzelner Teile ist die Möglichkeit einer Beschränkung des Scannbereichs auf nur eine Line Line-Mode oder auf nur einen Punkt Point-Mode.

Speicherung der Rohdaten

Zum Abspeichern verwendet man am besten Store all, um alle Daten zu sichern und eine spätere Auslese zu ermöglichen.

Die **Restart** bzw. Abort Funktionen ermöglichen ein neuerliches Scannen bzw. ein Stoppen des Scannvorganges, wobei die Spitze an die Anfangsposition zurückfährt.

Start	Store All	Abort
Pause	Store Frame	Help

Das Abspeichern der Rohdaten und eine genaue Beschriftung ist für eine später Bearbeitung vorteilhaft und erleichtert eine Bearbeitung durch die Software, die im folgenden erklärt werden soll.

Wenn man alles richtig gemacht hat und nun auf Start drückt, so soll man nach einiger Zeit Bilder bekommen, die ungefähr so wie die unten gezeigten, aussehen.





Framescan, HOPG beschossen mit einem 800 eV Ar⁺ Ion, 10×10nm², Tunnelstrom

Was kann man mit den Rohdaten machen?

Aus den einfachen Abbildungen kann man sehr viel Information herausholen, wenn man die Software ausnützt. Ein paar einfache Möglichkeiten, die sich aus der unterschiedlichen Betrachtungen ergeben. In diesem Fall wurde die Änderung des Tunnelstromes bei Änderung der Scannrichtung dargestellt. Channel-I



Dieselbe Stelle, aber es wird die Topographie in Z-Richtung betrachtet Channel-Z



Die Unterschiede ergeben sich aus mehreren Gründen wie zum Beispiel elektronisch bedingt, durch zu langsam arbeitendes Feedback, oder durch mechanische Probleme bei der Auflösung, da die Spitze des Cantilvers "scharfe Kanten", also hohe spitze Berge und enge tiefe Täler, nicht gut genug auflösen kann. Als weitere einfache Möglichkeit bieten sich die Darstellung im <mark>3D-Display</mark> oder im Line-Profil an, in denen man Strukturen besser hervorheben und genauer vermessen kann.

Im linken Bild sieht man das Resultat, auf der Oberfläche von Glimmer, das durch den Beschuß von Ar⁺-Ionen mit 800 eV auftritt. In der Darstellung Im rechten Bild ist durch denselben Bereich ein Liniendiagramm zur genauen Höhenbestimmung gelegt



Bei dieser Einstellung wurde Row/Column Profiles, d.h. ein Liniendagramm mit horizontalem und vertikalem Profil gewählt.



Fast Fourier Transformation

FFT-Filtering ist eine Möglichkeit, um Überschwingungen, die die Abbildung in einem Teilbereich verfälschen, zu verringern bzw. zu beseitigen. Dazu wird für die Berechnung des Bildes nur ein kleiner Teilbereich verwendet und alle "Störungen" von außen weggelassen. Wichtig dabei ist, daß bei all diesen Vefahren durch die Software das "eigentliche Bild" verfälscht wird.

Zuerst das ursprüngliche Bild, in dem links der Bereich, der zur Berechnung verwendet wird, makiert ist.



Dann das gefilterte Bild



Der AFM-Contact-Mode

Bei der Atomic Force Microscopy ist als Erstes zu beachten, daß die Einstellungen des gesamten Gerätes geändert werden müssen, auch an der Hardwareseite! Zuerst wird die STM-Spitze gegen den Cantilever getauscht. Dazu muß das AFM/STM in die arretierte Lage gebracht werden und mit dem Wobblesick der Cantilver getauscht werden. Als nächstes muß man, wenn notwendig, auch die Probe wechseln und dann die Camera am Seitenfenster montieren. Das AFM wird wieder vorsichtig abgesenkt und die Software eingeschaltet. Im Prinzip benötigt man die gleichen Fenster wie beim STM nur müssen andere Einstellungen getroffen werden und es sind noch zusätzliche Fenster zu öffnen. Beginnen muß man mit der Einstellung der beiden Spiegel des AFM und dazu ist im AFM Adjustment Light Source zu aktivieren. Nach diesem Schritt ist man zu einer Pause von ca. 30 min gezwungen, da sich die LED erwärmen muß.

AFM Adjustment



©IAP/TU-Wien, 2000



Die Kamera muß durch das Seitenfenster auf die Reflexion des Lasers am Cantilever fokussiert werden (Bild am Monitor) und mit der Steuerung **-F1** und **+F1** der Spiegel 1 auf maximale Intensität eingestellt werden (I total, ca. 1,9-3V), sichtbar rechts unten im schwarzen Adjustmentfenster. Am Monitor sieht man dabei die entsprechende Reflexion des Leuchtpunktes stärker und schwächer werden. Dann wird die Reflexion am Spiegel 2 mit **-F2** und **+F2** in die Mitte,oder besser in die Nähe, des grünen Feldes gebracht. Dieser Vorgang wird nun so lange wiederholt, bis sich die Gesamtintensität nicht mehr ändert und der rote Punkt wirklich in der Mitte des Adjustmentfensters liegt.





Lichtreflex am AFM Cantilever ©IAP/TU-Wien, 2000

Nun wird das Measurement Control Fenster geöffnet, auf AFM Contact gestellt und die weiteren Fenster aktiviert

🔯 SCA	LA PRO 3.0				×
File N	vleasurement	Display	Processing	Setup	Help
User: Scanne Mode:	User er: AFM_N.S(Simulated	CA Measuren	nent + Data Pro	ocessing	1
Windo	ows: 🗹 Meas	surement			



Image: Control Image: Z Control Image: Z Output Settings				
Feedback Loop				
Z Offset:	0.00 nm Set Zero			
Slider Limits:	0.00 1079.97 nm			
Z Speed:	1000.00 nm/s			
Z Output Gair	1.0			
Z Input Settings	1.0			
Automatic Z	zero			
Z Input Gain:	10.0			
Plane substract mode				
Plane subtra	act mode			
X_SLOPE	0.000 X-Slope_adjust			
Y_SLOPE	0.000 Y-Slope_adjust			
DELAY	0. us			
LOOP	1			
Help	Reset Close			

😡 Measur	ement Co	ontrol	×	
	Dual			
Gap	Voltage:	+ 0.100	∨ 10∨	
Fee	dback Set	: 0.01 nN		
Loop	p Gain:	5.00 %		
Sca	n Speed:	30.03003 nm/	's <u>14400 nm/s</u>	
0.0nm	Frame F	Position:	Frame Angle: 0.00 deg X/Y Position: 0.000000 nm 0.000000 nm Width/Height: 10.00000 nm	
		0.0nm	10.00000 nm	
Frame Ang	Frame Angle:			
X-Offset:				
Y-Offset:	Y-Offset:			
Zoom:	Zoom:			
Const Li	ne Freq	I Mouse Cor	ntrol: Zoom / Offset	
Star	t	Store All	Abort	
Paus	e	Store Frame	Help	
Frame N	lode	Reset VSG	Close	



Wenn das erledigt wurde, kann wieder, wenn die Feedback Loop aktiviert ist, der Approach durchgeführt werden. Zuerst wieder mit der Hand -,+F3 und dann mit der Auto Approach Funktion. Nach dem Approach muß nun eine Kraftkalibrierung durchgeführt werden, denn nur so kann man absolute Werte messen. Auch nach jeder Neueinstellung der Spiegel und nach dem Wechsel des Cantilvers ist dies immer notwenig.

Die Kraftkalibrierung

Für die Kraftkalibrierung der Normalkraft F_N muß ein eigenes Fenster Force Distance Curve geöffnet werden und dort Measure aktiviert werden. Um eine Zerstörung der Spitze zu vermeiden, sollte die Minimum Distance nur ca. –100nm betragen. Je negativer dieser Wert, desto fester drückt die Spitze beim Aufnehmen der Kraftkurve in die Oberfläche. Man kann in diesem Fenster einen Take Setpoint machen, um eine entsprechende Normalkraft für die Feedbackloop festzusetzen. Der Wert der F_N in der Feedbackloop sollte möglichst gering eingestellt sein, um Zerstörungen der Probe und/oder der Oberfläche zu vermeiden. Geringe postive F_N (ca. 0,01 nN) erfüllt diese Aufgabe. Im Fall besonders empfindlicher Oberflächen (z.B. LIF) empfiehlt es sich, einen negativen Setpoint für F_N auszuwählen. Dabei ist zu berücksichtigen, daß beim Verlust des Kontaktes zur Oberfläche **SOFORT!** der Piezo zurückgezogen wird (Backward auf der Handsteuerung, dann mehrere große Schritte retract), da die Feedbackloop nicht imstande ist, negative Kräfte einzustellen. In der Regel wird bei negativem Force Setpoint der maximale Wert im unteren Drittel der Kurve liegen.





Wie komme ich also von der im AFM Adjustment Fenster bei Calibration FN angegebenen Kraft zu der normierten Kraft und was benötigt man dazu?

- Zuerst wird der alte Wert der F_N, also jener, der im AFM Adjustment Fenster an der Stelle Calibration F_N steht, notiert (z.B. 24,1 nN/V).
- Weiters benötigt man die Federkonstante des Cantilevers, in unserem Fall 0,12 N/m. (abhängig natürlich vom verwendeten Cantilever)
- Jetzt zoomt man sich, indem man die max. und min. Distance entsprechend verändert und noch eine Kraftkurve aufnimmt, wie in der gezeigten Abbildung zu sehen, in die Kraftkurve.



- Nun muß man folgende Formel iterativ durchführen bis F_N (neu) = F_N (alt) ist.
- Normal Force Calibration:

 $F_{N} = alter \cdot Wert \times Federkons \tan te \cdot des \cdot Cantilevers \times \frac{z \cdot Bereich \cdot der \cdot gezoomten \cdot Kurve}{Kraftbereich \cdot der \cdot gezoomten \cdot Kurve}$

z.B.:

$$24,1 \times 0,12 \times \frac{500}{105} = 13,8$$
$$13,8 \times 0,12 \times \frac{500}{50} = \underline{14,3}$$
$$14,3 \times 0,12 \times \frac{500}{60} = \underline{14,3}$$

Diesen neuen Wert 14,3 nN/V trägt man jetz in das AFM Adjustment Fenster bei Calibration F_N ein.

Im folgenden werden nun noch einige Beispiele verschiedener Proben angegeben. Gute Oberflächen für den Beginn sind Gold auf Silizium –leicht meßbare große Strukturen- und HOPG –leicht zu erzielende atomare Auflösung.

Beispiele

Gold auf Silizium

Zuerst ein paar Daten und dann Abbildungen des Channels-Z für hin und zurück, der F_N und der normierten F-F₀ Abbildung.

Field X Size in nm	: 300.000 ;[nm]
Field Y Size in nm	: 300.000 ;[nm]
Image Size in X	: 400
Image Size in Y	: 400
IncrementX	: 0.750000 ;[nm]
Increment Y	: 0.750000 ;[nm]
Scan Angle	:0.000000 ;[Degree]
XOffset	: 224.274 ;[nm]
YOffset	: 1191.88 ;[nm]





Glimmer atomare Auflösung

Bei dieser Probe muß man einige spezielle Parameter verwenden. Der Setpoint soll ungefähr im unteren Drittel der Kraftkurve und der Loop Gain bei ~ 1% liegen.

; Measurement parameters.	·
SPM Method : AFM Homodyne (Contact) Dual mode : Off Gap Voltage : 1.00000 ;[V] Feedback Set : -2.29038 ;[nN] Loop Gain : 25.0000 ;[%] X Resolution : 0 ;Currently not used. Y Resolution : 0 ;Currently not used. Scan Speed : 50.5051 ;[nm/s] X Drift : 0.0000000 ;[nm/s] Y Drift : 0.000000 ;[nm/s]	; Scanner Area Description. ; Field X Size in nm : 5.00000 ;[nm] Image Size in X : 300 Image Size in Y : 300 Increment X : 0.0166667 ;[nm] Increment Y : 0.0166667 ;[nm] Scan Angle : 73.3846 ;[Degree] X Offset : 20.0000 ;[nm] Y Offset : 30.0000 ;[nm]
Scan Mode : Frame Topography Time per Point : 0 Spectroscopy Grid Value in X : 1 Spectroscopy Grid Value in Y : 1	Modified(1) 13.04.2000 13.47 Channel: Z-> Reset Active Display Options: nm 0.78 0.78 0.22
Spectroscopy Points in X : 300 Spectroscopy Lines in Y : 0	-0.30 Plane -0.30 Plane Raw Data Scale -0.25 V Interpolation
Topographic Channel : Z ;Channel Forward -32768 ;Minimum raw value 32766 ;Maximum raw value -10.800 ;Minimum value in physical unit 10.800 ;Maximum value in physical unit 0.00032959 ;Resolution nm ;Physical unit m8969tmp.tf0 ;Filename	O 20 F Display Axes Processing Options: O 20 O
2 ;Uisplay hame	Help Duplicate Colour Reload Close
2 ;Display name ; Measurement parameters. ;	Help Duplicate Colour Reload Close
2 ;Display name ; Measurement parameters. ; SPM Method : AFM Homodyne (Contact) Dual mode : Off Gap Voltage : 1.00000 ;[V] Feedback Set :-2.93638 ;[nN] Loop Gain : 1.00000 ;[%] X Resolution : 0 ;Currently not used. Y Resolution : 0 ;Currently not used.	Help Duplicate Colour Reload Close ; Scanner Area Description. ; ; Field X Size in nm : 5.00000 ;[nm] Field Y Size in nm : 5.00000 ;[nm] Image Size in X : 300][ncrement X : 0.0166667 ;[nm] Increment Y : 0.0166667 ;[nm]][scan Angle : 0.000000 ;[Degree] X Offset : 0.000000 ;[nm] Y Offset : 0.000000 ;[nm]
2 (Display name ; Measurement parameters. ; SPM Method : AFM Homodyne (Contact) Dual mode : Off Gap Voltage : 1.00000 ;[V] Feedback Set :-2.93638 ;[nN] Loop Gain : 1.00000 ;[%] X Resolution : 0 ;Currently not used. Y Resolution : 0 ;Currently not used. Y Resolution : 0 ;Currently not used. Scan Speed : 50.5051 ;[nm/s] X Drift : 0.000000 ;[nm/s] Y Drift : 0.000000 ;[nm/s] Scan Mode : Frame Topography Time per Point : 0 Spectroscopy Grid Value in X : 1 Spectroscopy Grid Value in Y : 1 Spectroscopy Points in X : 300 Spectroscopy Lines in Y : 0	Help Duplicate Colour Reload Close ; Scanner Area Description. ; ; ; Field X Size in nm : 5.00000 :[nm] ; Field Y Size in nm : 5.00000 :[nm] Image Size in X : 300 Image Size in Y : 300 Increment X : 0.0166667 :[nm] Scan Angle : 0.000000 :[Degree] X Offset : 0.000000 :[nm] Y Offset : 0.000000 :[nm]

Lithiumfuorid in atomarer Auflösung



Und zum Abschluß noch etwas Korund (Al_2O_3)

Auch diese Oberfläche wurde mit Ar^+ -Ionen mit 800 eV beschossen und dadurch ist dieses rauhe Aussehen begründet.



; SPM Method : AFM Homodyne (Contact) Dual mode : Off Gap Voltage : 1.00000 ;[V]		; Measurement parameters.		
SPM Method : AFM Homodyne (Contact) Dual mode : Off Gap Voltage :1.00000 ;[V]				
Dual mode : Off Gap Voltage : 1.00000 ;[V]	I	SPM Method	: AFM Homodyne (Contact)	
Gap Voltage : 1.00000 ;[V]	I	Dual mode	: Off	
	I	Gap Voltage	:1.00000 ;[V]	
Feedback Set : 0.0100000 ;[nN]	I	Feedback Set	: 0.0100000 ;[nN]	
Loop Gain : 14.6800 ;[%]	I	Loop Gain	:14.6800 ;[%]	
X Resolution : 0 ;Currently not used.		XResolution	: 0 ;Currently not used.	
Y Resolution : 0 ;Currently not used.		YResolution	: 0 ;Currently not used.	
Scan Speed : 798.403 ;[nm/s]	I	Scan Speed	: 798.403 ;[nm/s]	
XDrift : 0.000000 ;[nm/s]		X Drift	:0.000000 ;[nm/s]	
Y Drift : 0.000000 ;[nm/s]		Y Drift	: 0.000000 ;[nm/s]	
Scan Mode : Frame	I	Scan Mode	: Frame	
Topography Time per Point : 0		Topography Time	e per Point : 0	
Spectroscopy Grid Value in X : 1	I	Spectroscopy Gri	d Value in X : 1	
Spectroscopy Grid Value in Y 1	I	Spectroscopy Gri	d Value in Y 💠 1	
Spectroscopy Points in X : 300	I	Spectroscopy Poi	ints in $ imes$: 300	
Spectroscopy Lines in Y : 0	I	Spectroscopy Lin	esin Y :0	

Literaturverzeichnis

- E Meyer, Atomic Force Microscopy, Pergamon Press Ltd. (1992)
- A. Kraus, Rastertunnelmikroskopie in Echtzeit an Si(111)7x7, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg (1997)
- G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber and E. Weibel, Phys. Rev. Lett. 49, 57 (1982)
- G. Binnig, C.F. Quate and Ch. Gerber, Phys. Rev. Lett. 56, 930 (1986)
- Y. Meslmani, Aufbau eines Raster-Tunnelmikroskops, Diss. Universität Wien (1994)
- B. Anczykowsky, L. Chi, H. Fuchs, B. Gotsmann, Rastersondenverfahren, Spektrum der Wissenschaft (12/1999)
- D. Sarid, Scanning Force Microscopy, Oxford University Press (1991)
- U. Dürig, Interaction Sensing in Dynamics Force Microscopy, New Journal of Physics (2/2000)
- Omicron, UHV AFM/STM User's Guide, Scala Pro Software Manual (1999)