

# F 15

## Rasterkraftmikroskopie (AFM) und Winkelaufgelöste Laserlichtstreuung

Standort AFM: PN K13  
 Standort Lichtstreuung: PN 648  
 Betreuer: Karsten Fleischer (PN 606, Tel: 22079, Email: fleischi@physik.tu-berlin.de)

### 1 Allgemeines

Die Rasterkraftmikroskopie ist ein modernes Verfahren zur direkten Abbildung der Oberflächenstruktur einer Probe auf atomaren Höhengskalen. Dazu wird eine Spitze aus Silizium (Si), Siliziumcarbid (SiC) oder Siliziumnitrid (SixNy) in sehr geringem Abstand über die Probenoberfläche bewegt. Diese Spitze sitzt auf dem sogenannten Cantilever, eine Art langem Hebel, der durch die kleinen Kräfte der Wechselwirkung Spitze-Oberfläche verbogen wird. Diese Kraft wird zur Abstandsregelung benutzt. Somit ist an jedem Punkt der Probe die Höhe bekannt. Verschiedene Modi stehen zur Auswahl, je nachdem ob die Spitze schwingt (Tapping Mode) oder ruht (Contact Mode). Auch dem Abstand spielt eine Rolle, so unterscheidet man non-contact, intermediate-contact und contact mode. Während die Höhenauflösung (z-Richtung) 0,1 nm und besser beträgt, ist die laterale Auflösung (in x- und y-Richtung) durch Spitzenradius und -form limitiert. Typischerweise sind die 5-20 nm bei einer neuen Spitze. Nur mit hohem Aufwand ist es 1999 gelungen, die Atome an der Oberfläche von NaCl / (Kochsalz) mit dem AFM abzubilden.

Die winkelaufgelöste (Laser-)Lichtstreuung ist eine komplementäre Methode zur Bestimmung charakteristischer Größen einer Oberfläche wie rms-Rauhigkeit und Korrelationslängen. Komplementär auch deswegen, weil die Methode im Fourierraum arbeitet.

### 2 Lernziele

Der FP-Versuch richtet sich nach den zu untersuchenden Proben. Je nach vorhandenen Proben gibt es zwei Varianten:

1. Bestimmung der rms-Rauhigkeit mittels AFM und Lichtstreuung
2. Bestimmung charakteristischer Abstände im AFM-Bild und per Lichtstreuung

In beiden Fällen ist jeweils eine Probenserie von 6-8 Proben zu untersuchen. Dabei werden pro Probe typisch an 4 verschiedenen Stellen ein  $(2\ \mu\text{m})^2$  Bild mit dem AFM aufgenommen.<sup>1</sup> Gleiches gilt für die Lichtstreuung, ebenfalls an 4 verschiedenen Stellen (und evtl. verschiedenen Winkeln) wird ein Spektrum aufgenommen.

Die AFM-Bilder können in der Regel nicht so verwendet werden, wie sie gemessen werden. Meistens müssen vorher noch eine Verkipfung der Probe und die Störungen durch das zeilenweise Abtasten entfernt werden. Danach kann dann die rms-Rauhigkeit oder per Autokorrelation die charakteristischen Weiten auf der Probe bestimmt werden. Aus mehrere Messungen wird dann die Standardabweichung der jeweiligen Größen als Fehler bestimmt. Einzelheiten gibts später in diesem Skript.

Dabei sollten auch die typischen systematischen Fehler von AFM-Messungen kurz diskutiert werden.

Die Auswertung der Streulichtspektren geht genauso. Es wird aus eingestrahelter Lichtleistung und integrierter Streulichtleistung die rms-Rauhigkeit berechnet. Aus der Winkelposition von Maxima im Spektrum wird dann der Abstand bestimmter Strukturen bestimmt. Auch hier werden die Ergebnisse wieder gemittelt (wenn die Sinn macht).

Auch für die Streulichtmessungen sollten wieder die systematischen Fehler diskutiert werden.

Schließlich werden die Ergebnisse beider Messverfahren miteinander verglichen und über den Parameter der Probenserie(n) aufgetragen werden (Temperatur, Wachstumsparameter, etc. )

<sup>1</sup>Der zu untersuchende Bereich richtet sich natürlich stark nach der Probengeometrie. Unter Umständen werden auch Meßserien an weniger Proben dafür aber verschiedenen Größenbereichen durchgeführt. Die Einzelheiten dazu erfahrt ihr in der Vorsprache

## 2.1 Typische Meßergebnisse:

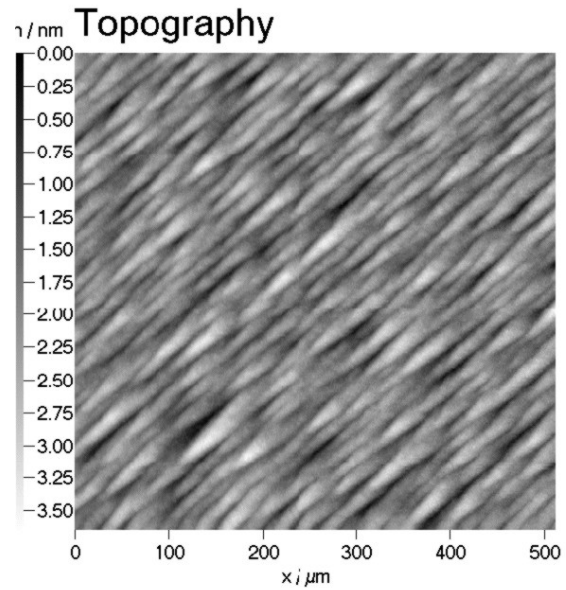
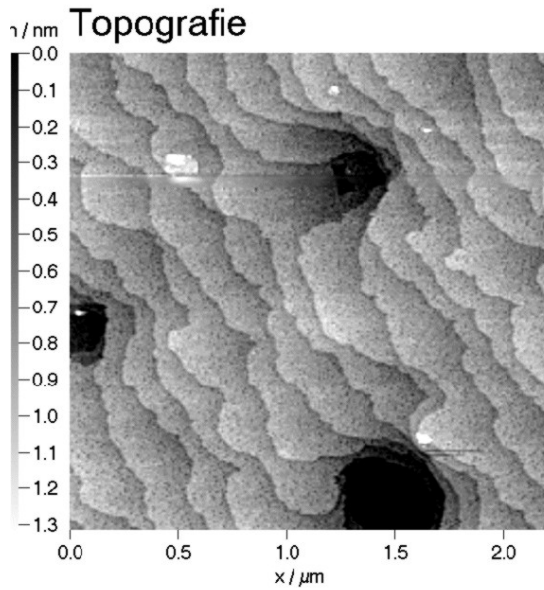


Abbildung 1: monoatomare Stufen auf einer GaAs-Oberfläche

**Ziel:**

Bestimmung der rms-Rauhigkeit ( $rms=0,337 \text{ nm}$ )

Abbildung 2: Ausbildung von Superstufen auf einer GaAs (113) Oberfläche

**Ziel:**

Bestimmung des typischen Abstandes ( $45 \pm 15 \text{ nm}$ )

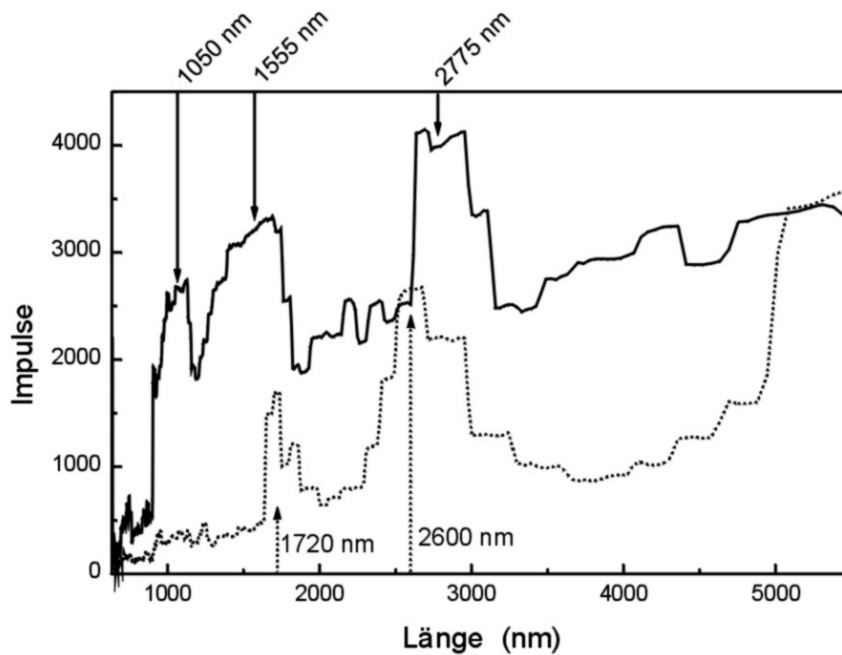


Abbildung 3: Winkelaufgelöste Streulichtmessung (Der Winkel wurde in einen Abstand/Raumfrequenz umgerechnet.)

### 3 Atomic Force Microscopy (Rasterkraftmikroskopie)

#### 3.1 Meßprinzip

Die Rasterkraftmikroskopie wurde in den späten 80er Jahren entwickelt. Im gebräuchlichsten Betriebsmodus des AFMs, dem Contact-Mode, wird eine scharfe Spitze über die Oberfläche der Probe „gekratzt“. Kleine Höhenunterschiede der Probe führen dann zu einer Auslenkung des sogenannten Cantilever (Träger der Spitze, flexibel). In der Regel wird diese Auslenkung dann optisch detektiert (siehe Abb. 4) Das vom Cantilever reflektierte Laserlicht wird von einer Photodiode mit mindestens 2 verschiedenen aktiven Bereichen detektiert<sup>2</sup>. Eine Auslenkung des Cantilevers führt zu einer Verschiebung des reflektierten Laserspots innerhalb der Photodiode und damit zu Veränderungen im Differenzsignal A-B. Die Amplitude dieses Differenzsignal kann jetzt direkt in einen Bildpunkt umgesetzt werden. Man spricht nun vom constant height mode, da der Abstand zwischen Probe und Spitze nicht direkt verändert wird und nur die Auslenkung des Cantilever zur Bildinformation verwendet wird. Auch wenn dieser Modus einen guten „dreidimensionalen“ Eindruck der Probengeometrie liefert, enthält er nur eine indirekte Höheninformation. Gebräuchlicher ist der sogenannte constant force Modus, in dem die Kraftwirkung auf die Probe (und damit auch die Cantilever Auslenkung sowie Detektorsignal A-B) konstant gehalten wird. Das wird durch eine Regelschleife realisiert, die bei einer Abweichung des Signals A-B automatisch eine Spannung an den Scanpiezo anlegt, der zu einer z-Auslenkung des Piezos führt. Die Spannung bei der A-B wieder den Normalzustand (setpoint) erreicht wird nun als Bildinformation genutzt. Verwendet man kalibrierte Scanner, bei denen die Auslenkung z bei einer definierten Spannung bekannt ist läßt sich das Meßsignal nun direkt in eine Höheninformation umrechnen. Kritisch für diesen Modus des AFM ist die Regelschleife mit der das Signal A-B versucht wird konstant zu halten. Man verwendet eine sogenannte PID-Regelung (Proportional-Integral-Differential Regelung). Die Parameter dieser Regelung werden durch die sogenannten gains gesteuert. Je höher zum Beispiel der Proportionale gain eingestellt wird, um so größer ist auch die z Änderung bei einer gegebenen Änderung des A-B Signals. Der Integrale gain betrachtet nicht nur das aktuelle A-B Signal sondern auch die von vorherigen Scanpunkten. Bei optimaler Einstellung der gains sollte sich das A-B Signal nicht mehr ändern wenn über eine z.B. Stufe auf der Oberfläche gescannt wird. Real wird sich diese ideale Situation nicht erreichen. Statt dessen erhält man immer ein Mischung aus den beiden Modi (constant height, constant force). An dem von uns verwendeten AFM kann man sich beide Arten der Signalverarbeitung simultan anschauen. Es wird sowohl das Höhensignal (z-Auslenkung) als auch das, hier Fehlersignal genannte, A-B Signal. Man wird sehen, daß sich das Fehlersignal durch erhöhen der Gain-Werte minimieren läßt (quasi constant force). Beliebiger hoch kann der Gain aber nicht gewählt werden, da sonst Regelschwingungen auftreten. Das heißt bei einer kleinen Höhenänderung der Probe überreagiert die Regelschleife und zieht den Scanpiezo zu weit zurück. Da dann beim nächsten Punkt das A-B Signal aber wieder nicht stimmt (allerdings mit anderem Vorzeichen) führt es erneut zu einer Überreaktion. Fazit: Vorsicht

<sup>2</sup>Im Fall des Digital Instruments AFM sind es 4 Bereiche, um auch eine Verdrillung des Cantilever und damit eine horizontale Verschiebung des Laserspots an der Diode nachzuweisen.

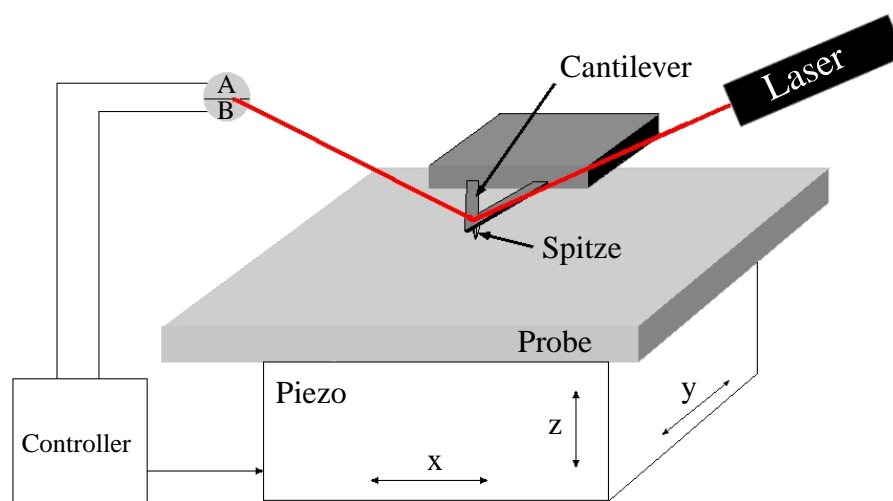


Abbildung 4: Atomic Force Microscope (schematisch)

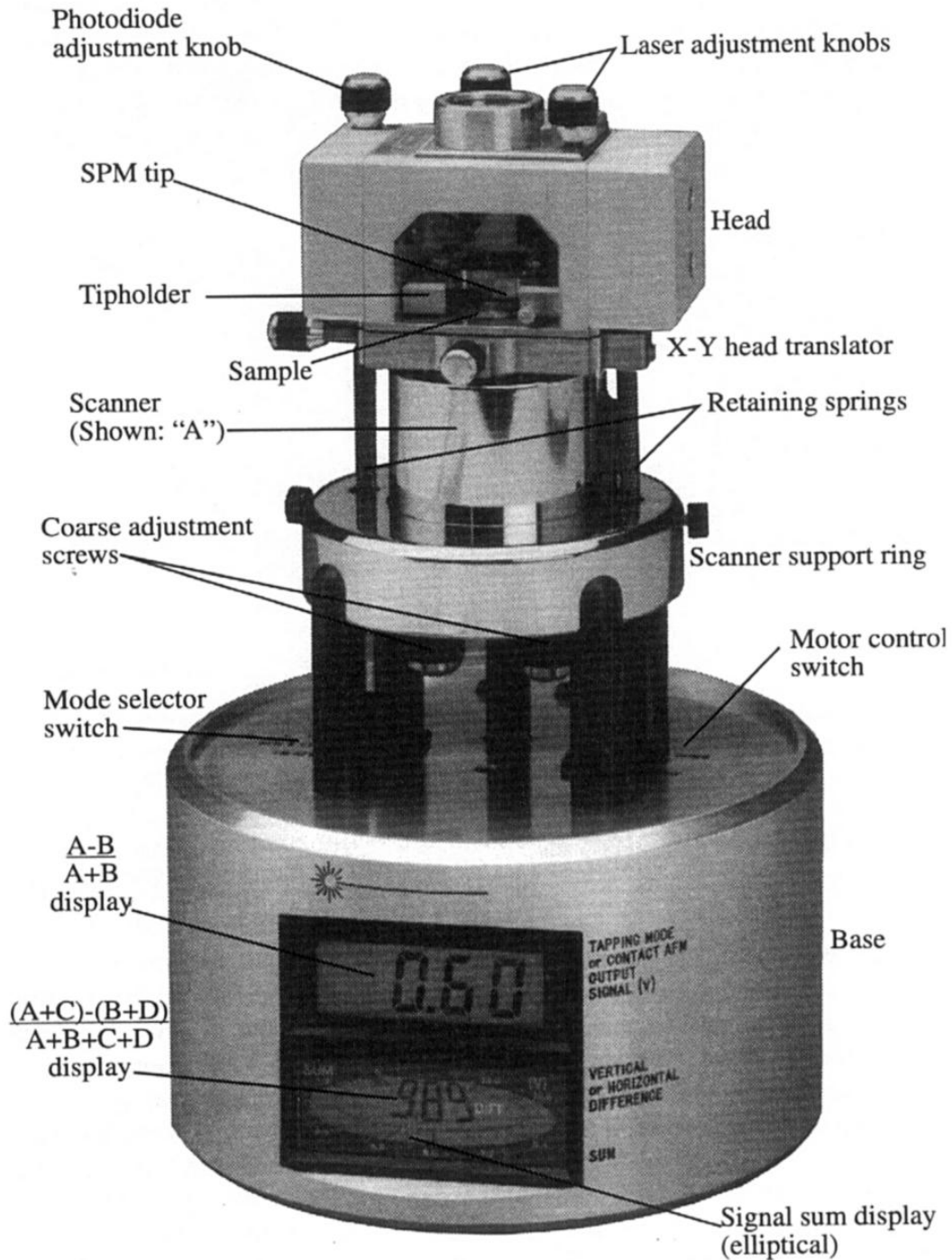


Abbildung 5: Digital Instruments: Nanoscope III

beim Einstellen der gains – nur kleine Schritte führen zum Ziel. Genaueres zur Meßprozedur befindet sich in [1]

### 3.2 Probe-Spitze Wechselwirkung

Der wichtigste Punkt zum Verständnis des AFM ist die tatsächliche Wechselwirkung zwischen der Probe und der Spitze. Die zwischen beiden wirkende Kraft ist im langreichweitigen Fall (ca. 100Å) anziehend, bei geringeren Abständen jedoch abstoßend. Die Beschreibung des Potentials ist jedoch aufgrund der Vielzahl der beteiligten Kräfte nicht wirklich einfach [2]. In nicht magnetischen Proben wird die langreichweitige anziehende Kraft dominiert von den van der Waals Kräften, hervorgerufen durch elektromagnetische Kräfte höherer Ordnung wie Dipol-Dipol-WW oder Dipol-induzierter Dipol-WW. Die kurzreichweitige Abstoßung ist eher komplexer. In erster Näherung handelt es sich um elektrostatische Abstoßung der Ionenrümpfe und der Pauliabstoßung der Elektronen in der Hülle. Aufgrund der Ausbildung von lokalen Bindungen zwischen Probe und Spitze (Zusätzliche anziehende Terme), elastische oder plastischer Verformung der Probe (oder der Spitze, was auch immer härter ist) sowie Reibungskräfte durch die x und y Bewegung des Scanners ist das Wechselwirkungspotential eher undefiniert und Proben und Spitzenabhängig. Neben den schon erwähnten Wechselwirkungen treten auch Kapillarkräfte auf, wenn die Oberfläche durch einen dünnen Wasser- (oder was auch immer-) Film bedeckt ist. Diese Kontamination läßt sich normalerweise nicht verhindern und führt zu verhältnismäßig starken anziehenden Kräften wenn man die Spitze von der Probe wegzieht.

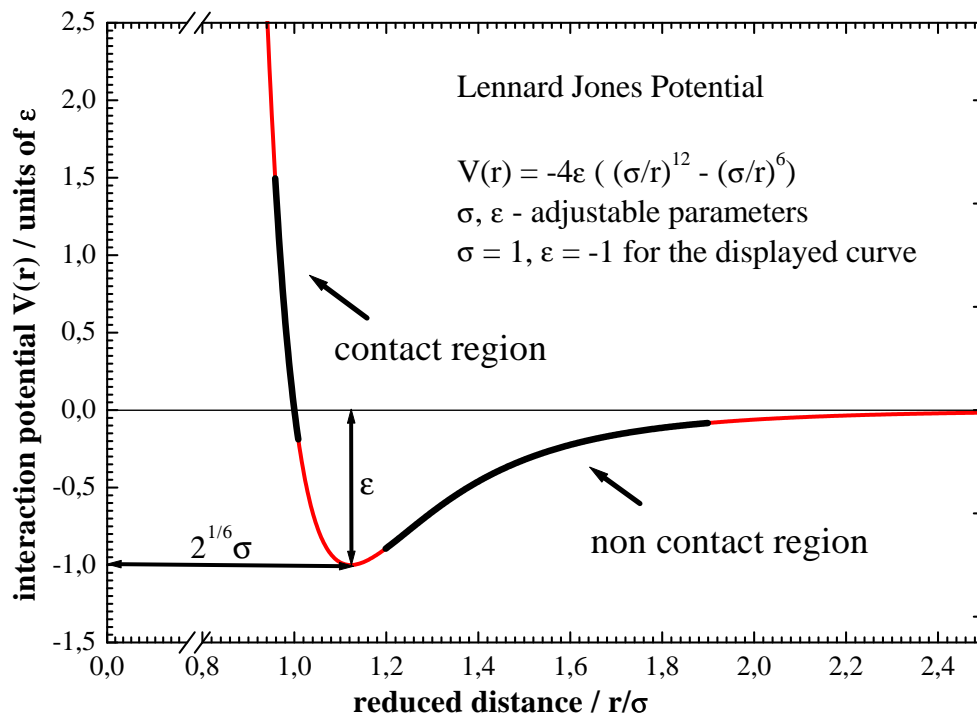


Abbildung 6: Simple model of the tip sample interaction potential

In Abbildung 6 wurde ein stark vereinfachtes Probe-Spitze Potential (Lennard-Jones Potential, Gleichung (1)) dargestellt, um einige grundlegende Fragen zu diskutieren.

$$V(r) = -3\epsilon \left( \left(\frac{\sigma}{r}\right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r}\right)^6 \right) \quad (1)$$

Im Fernfeld dominiert das attraktive van der Waalsche  $1/r^6$  Potenzgesetz. Im Nahfeld ( $r \leq \sigma$ ) dominieren starke abstoßende Kräfte. Je nach dem in welchem Abstand man die Spitze über die Probe rastert, wirken unterschiedliche Kräfte auf die Spitze. Man unterscheidet zwei prinzipiell unterschiedliche Verfahren: Im einfachsten Fall – dem contact Mode – benutzt man tatsächlich die Abstoßenden Kräfte des Nahfeldes. Diese führen zu einer Auslenkung des Cantilevers, der dann wie oben besprochen ausgewertet werden kann. Die Vorteile dieses Verfahrens sind ein recht einfacher Meßbetrieb, Unempfindlichkeit gegenüber schon erwähnten Wasserfilmen (man schiebt den einfach weg) und damit eine recht zuverlässige Abbildung der Probengeometrie. Probleme gibt es dabei aber mit empfindlicheren Proben (z.B weiche Materialien, biologischen Proben,

...). Die wirkenden Kräfte können in solchen Fällen die Probe zerstören oder zumindest verändern.[3] In solchen Fällen verwendet man den sogenannten non-contact Mode. Da im Fernfeld die Probe-Spitze Wechselwirkung geringer ist, muß man allerdings ein anderes Detektionsverfahren einsetzen. Man läßt dazu das System Spitze-Cantilever über der Probe schwingen (als Anregungsfrequenz dient die Eigenfrequenz des Systems (Resonanz)). Dazu wird an einen in den Spitzenhalter integrierten Piezo eine Wechselspannung angelegt. Bei Annäherung erfährt das System durch die externe Wechselwirkung Probe-Spitze eine andere Dämpfung und eine Verschiebung der Eigenfrequenz. Die Oszillationsamplitude bei gegebener Anregungsfrequenz und Amplitude verändert sich nun, und kann wiederum zur Abstandsregelung benutzt werden. Man unterscheidet wieder den constant height Modus, bei dem nun die Änderung der Oszillationsamplitude als Bildsignal dient und den constant force Modus in dem die Oszillationsamplitude mittels der PID Regelung und dem z-Piezo konstant gehalten wird. Mit der Wahl des setpoints der Regelung kann man nun gezielt stärker oder weniger stark „aufdrücken“ (starke Dämpfung gegenüber der Amplitude des freien Schwingens bzw. geringe Dämpfung). Im Extremfall kann man die Spitze so nahe an die Probenoberfläche heranführen, daß die Amplitude rein geometrisch durch das Aufsetzen auf die Probe reduziert wird. Dieser Fall wird tapping Mode genannt.

Neben den hier besprochenen Wechselwirkungen kann man durch gezieltes Design der Spitze auch andere Wechselwirkungsmechanismen zur Bildgebung ausnutzen. Mit speziellen Magnetischen Spitzen kann man zum Beispiel magnetische Domänen ortsaufgelöst vermessen (MFM – magnetic force microscopy), durch Integration eines Thermoelements in die Spitze kann man Temperaturschwankungen auf der Oberfläche untersuchen oder aber durch Aufbringen von organischen Molekülen kann man gezielt die Bindungsstärken von biologischen Rezeptoren vermessen.

### 3.3 Artefakte

Im folgenden Abschnitt wird auf die bei der Bildgebung im AFM auftretenden Fehler etwas näher eingegangen. Nicht alle hier aufgeführten Probleme sind relevant für die Untersuchungen im Praktikumsversuch, da sie sich auf unterschiedlichen Proben unterschiedlich stark auswirken. Man sollte sie aber in ihren Auswirkungen kennen, um Fehler bei der Interpretation der Messungen zu vermeiden.

#### 3.3.1 Verkipfung, Kreissegment

AFM-Bilder enthalten überlagert Informationen, die nicht direkt von der Probe stammen sondern aus dem Aufnahmeprozess heraus entstanden sind. So ist sehr oft die Probe global verkippt, eine gleichmäßige Steigung in x- und y-Richtung ist dem Bild überlagert. Außerdem kann noch die Verbiegung des Raster-Piezos (der die Probe bewegt) im Bild sichtbar sein: Der Piezo ist ein Röhrchen, was sich entsprechend einer angelegten Spannung verbiegt. Die Spitze, die über die Probe gerastert wird, bewegt sich also auf einer Kreisbahn. Diese kann gut durch eine Parabel angenähert werden.

Um all diese Fehler auszugleichen ist es üblich, an die einzelnen Zeilen ein Polynom 2. Grades anzupassen (zu fiten) und von den Messdaten abzuziehen. Dabei sollte (so es die Software zuläßt) ein Fit höheren Grades (2 oder 3) einer über alle Zeilen gemittelten „virtuellen Zeile“ von jeder Zeile abgezogen, und anschließend jede Zeile offset (Fit 0. Grades) korrigiert werden.<sup>3</sup> Mit dieser Prozedur vermeidet man es reale Strukturen des AFM Bildes durch den leider notwendigen Fit ebenfalls herauszurechnen.

#### 3.3.2 Spitzenabbildung

Bisher wurde nur auf die Höheninformation bei der Meßwertaufnahme eingegangen. Die laterale Auflösung des AFM ist jedoch bedingt durch die Geometrie der Spitze. Da wir die Wechselwirkung zwischen Probe und Spitze detektieren, gehen auch beide Geometrien (die der Probe **und** die der Spitze) gleichermaßen in das Bild ein. Mathematisch gesprochen das gemessene Bild ist eine Faltung der Probengeometrie mit der der Spitze. Idealerweise sollte der Spitzenradius sehr viel kleiner sein als die zu messende Geometrie. Gerade beim Messen kleiner Strukturen (z.B. Quantendots) ist das nicht der Fall. Mit dem AFM kann man also ohne weiteres keine Aussagen über die Form von kleinen Inseln machen, wenn diese in die Größenordnung des Spitzenradius kommen (typischerweise 10-50 nm). Dieses prinzipiell nicht vermeidbare Problem wird nun immer genau dann besonders stören, wenn die Spitze nicht mehr ideal ist, d.h. man hat makroskopischen Dreck dran kleben, oder wenn die Spitze abbricht. In Abb. 8 ist eine solche Falschabbildung durch die Spitze dargestellt. Spitzenabbildungen erkennt man typischerweise daran, daß alle Strukturen gleich aussehen, und beim Drehen der Probe die Strukturen nicht mitgedreht werden.

<sup>3</sup>Da wir 3 verschiedene Programme<sup>4</sup>zum Bearbeiten der AFM Bilder haben, führt eine ausführliche Beschreibung hier zu nichts. Eine Einführung in die Fitprozedur, sowie die Programme erfolgt in jedem Fall während des Versuches durch den Betreuer

<sup>4</sup>Jedes mit seinen eigenen Stärken und Schwächen

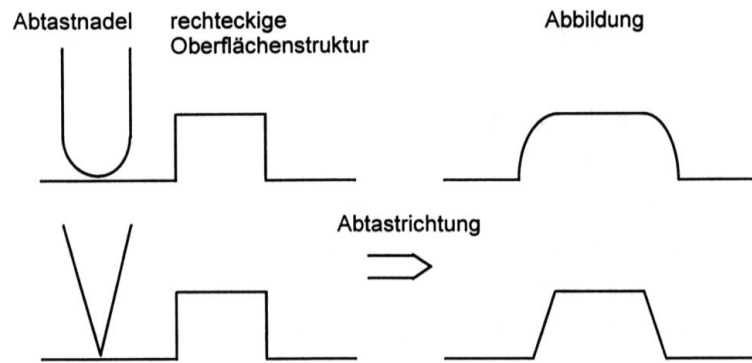
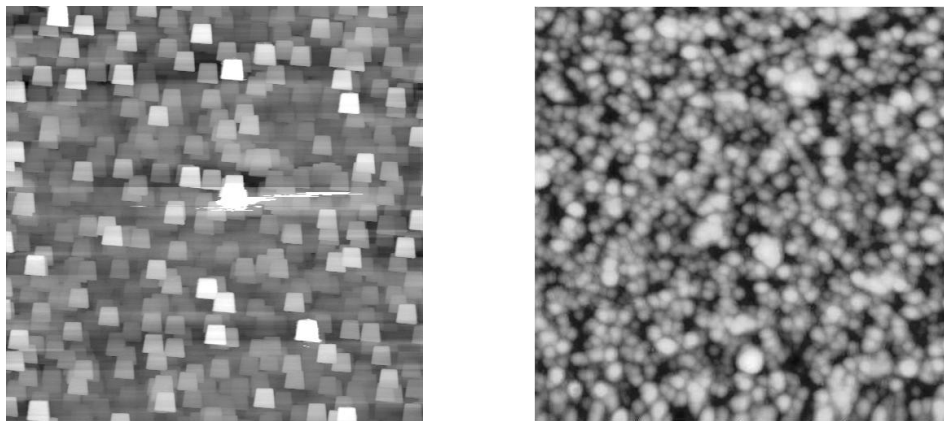


Abbildung 7: Faltung zwischen Probengeometrie und Spitzengeometrie (schematisch)

Abbildung 8: 1  $\mu\text{m}$  Aufnahme ein und der selben Probe (GaN Pufferschicht) mit einer kaputten (links) und einer „guten“ Spitze.

### 3.3.3 Nichtlinearität

Legt man an den Scanpiezo eine Spannung an, so erwartet man eine proportionale Auslenkung des Piezos. Dieses idealisierte Verhalten wird aber nie erreicht. Diese Nichtlinearität wird von der AFM Software weitestgehend korrigiert, in dem die Auslenkungscharakteristik eines Scanners durch eine Vielzahl von Parametern beschrieben wird. Diese Parameter werden dann individuell mittels speziellen Teststrukturen kalibriert. Für den Versuch ist diese Art von Artefakt, einen korrekt kalibrierten Scanner vorausgesetzt, nicht relevant.

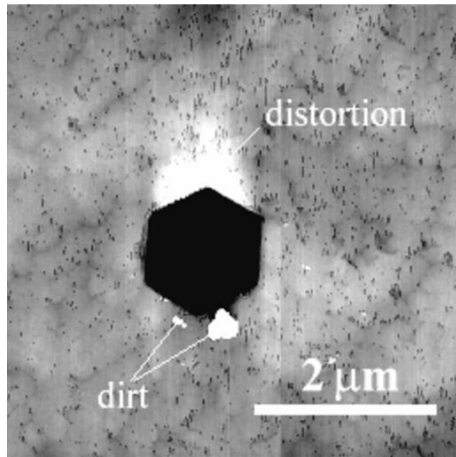
### 3.3.4 Hysterese

Unter Hysterese versteht man die Eigenschaft der Piezoscanner, daß eine Auslenkung bei gegebener Spannung auch von der „Vorgeschichte“, des Scanprozesses abhängt. Diese Eigenschaft führt bei plötzlichen Höhenänderungen zu einer Verzerrung des AFM-Bildes kurz nach der Struktur. Die Auswirkung der Hysterese ist exemplarisch in Abbildung 9 dargestellt.

### 3.3.5 Creep, Drift

Ein letztes Problem, daß hier besprochen werden soll ist die sogenannte Drift. Man versteht darunter eine makroskopische Verschiebung der Probe gegenüber der Spitze während der Aufnahme eines Bildes. Es ist einzusehen, das eine solche das Bild der Probe verzerrt. Man unterscheidet dabei zwei Effekte. Zum Einen kann der Piezoscanner selbst „nachlaufen“, d.h. bei einer plötzlichen Spannungsänderung (z.B. beim rein und rauszoomen) reagiert der Scanner zunächst schnell, wenn aber 90% der Auslenkung erreicht sind läuft er nur noch langsam dem zu erreichenden Wert entgegen. Dieses Verhalten nennt man auch creep (Englisch: kriechen). Es führt dazu das bei Scanbeginn oder beim Zoomen das Bild anfangs merklich verzerrt wird. Man sollte daher immer erst das zweite oder dritte Bild tatsächlich speichern und auswerten. Der creep ist auch für eventuell auftretende Verzerrungen am Rande des Scanbereiches (also beim Umkehren der Scanrichtung)





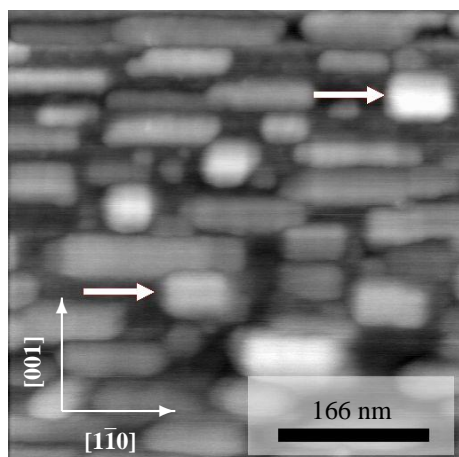
In diesem Bild ist ein Loch auf einer GaN Probe dargestellt. Die Tiefe beträgt ca.  $1\ \mu\text{m}$ . Die Probe wurde in  $y$ -Richtung von unten nach oben abgerastert. In der auf  $100\ \text{\AA}$  reduzierten Höhengkala ist oberhalb des Loches eine Erhöhung zu erkennen, die nur aufgrund der Hysterese entsteht und keine reale Höheninformation darstellt. Fazit: Im Bild können durch abrupte Änderungen im Höhenprofil (z.B. auch Stufen) nichtreale Strukturen induziert werden. Wechselt man die Rasterrichtung z.B. von links nach rechts tritt die induzierte Struktur dann auf der rechten Seite des Loches auf. Man kann also durch wechseln der Scanrichtung die Echtheit einer Struktur testen.

Abbildung 9: Bildverzerrung aufgrund von Hysterese

verantwortlich. Gerade bei hohen Scangeschwindigkeiten ( $> 2\ \text{Hz}$ ) und glatten Proben sollte der Randbereich bei der Auswertung ausgeschlossen werden.

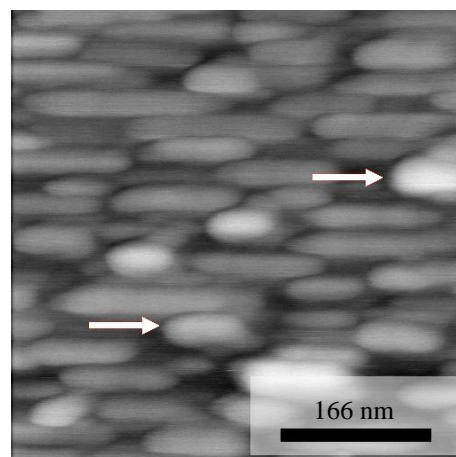
Neben dieser Scannereigenen Drift kann es aber auch zur Verschiebung der Probe selbst kommen. Verantwortlich ist dafür z.B. Wärmeentwicklung im Probenbereich oder nachgebendes Klebeband (Probenhalter). Der gravierende Nachteil ist, dass eine solche Drift normalerweise nicht mit der Zeit besser wird. In Abb. 10 ist die Auswirkung einer konstanten Drift auf eine AFM Aufnahme dargestellt. Im gezeigten Bild trat eine Drift von ca.  $70\ \text{nm}$  pro Bild ( $50\ \text{nm}/\text{min}$ ) auf. Die gezeigten Bilder unterscheiden sich nur in der langsamen Scanrichtung. Einmal wurde mit der Drift gescannt, was zu einer Streckung der Strukturen führt, zum anderen wurde entgegen der Drift gescannt, was zu einer Stauchung führt. Die Pfeile zeigen auf jeweils die selben Strukturen. Die reale Breite der Strukturen lässt sich in so einem Fall nur durch Mittelwertbildung bestimmen. Um die Drift zu minimieren, kann versucht werden die Scangeschwindigkeit zu erhöhen. Das erreicht man z.B. in dem ein größerer Ausschnitt gemessen wird, oder die Scanrate direkt erhöht wird.

Drift tritt natürlich nicht nur in  $x$  und  $y$  Richtung sondern auch in  $z$ -Richtung auf. Da es sich aber um einen monotonen Prozeß in eine Richtung handelt wird eine Drift in  $z$  von der ohnehin nötigen Korrektur einer Probenschieflage nachträglich korrigiert. Die Drift in  $x$  und  $y$  lässt sich dagegen nicht so einfach herausrechnen und sollte daher bereits während der Messung minimiert werden



0 nm      5.5 nm      11 nm

20 ML  $\beta$ -Sn on InAs(110)  
 schnelle Scanrichtung: X, links nach rechts  
 langsame Scanrichtung: Y, **unten nach oben**



0 nm      5.5 nm      11 nm

20 ML  $\beta$ -Sn on InAs(110)  
 schnelle Scanrichtung: X, links nach rechts  
 langsame Scanrichtung: Y, **oben nach unten**

Abbildung 10: Verzerrung von AFM Bildern durch Drift



### 3.4 Definition von Rauigkeiten

Als *RMS-Rauhigkeit* (RMS: Root-Mean-Square) ist die Standardabweichung von  $z(x)$  (Höhenprofil, eindimensional) bzw.  $z(x, y)$  (Oberfläche, zweidimensional) definiert:

$$\begin{aligned} RMS = r_{\text{RMS}} &:= \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (z(x_i) - \langle z(x_i) \rangle)^2} \\ &= \sqrt{\frac{1}{nm} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^m (z(x_i, y_j) - \langle z(x_i, y_j) \rangle)^2} \\ &= \sqrt{\int \int (z(x, y) - \langle z(x, y) \rangle)^2} = \lim_{n \rightarrow \infty} \sqrt{\langle (z - \langle z \rangle)^2 \rangle}. \end{aligned} \quad (2)$$

Eine andere Definition von Rauigkeit ist die Absolutrauhigkeit; hier gehen alle Abweichungen linear ein:

$$r_{\text{absolut}} := \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |z(x_i) - \langle z(x_i) \rangle| = \langle |z(x_i) - \langle z(x_i) \rangle| \rangle. \quad (3)$$

Für genügend große (unkorrelierte) Systeme ist jedoch  $\lim_{n \rightarrow \infty} r_{\text{RMS}} \approx \lim_{n \rightarrow \infty} r_{\text{absolut}}$ .

Für den praktischen Gebrauch z.B. zur Auswertung von Bildern der Oberfläche von Rasterkraftmikroskopen haben sowohl Gleichung ?? wie ?? den entscheidenden Nachteil, daß sie stark durch Meßartefakte, z.B. einer leichten Verkippung der Rasterzeilen, abhängen. Außerdem ist in den Rauigkeiten keinerlei Information über die lokale Struktur enthalten: Abbildung ?? zeigt zwei Oberflächen, die exakt dieselbe RMS-Rauhigkeit von 0,3 haben.

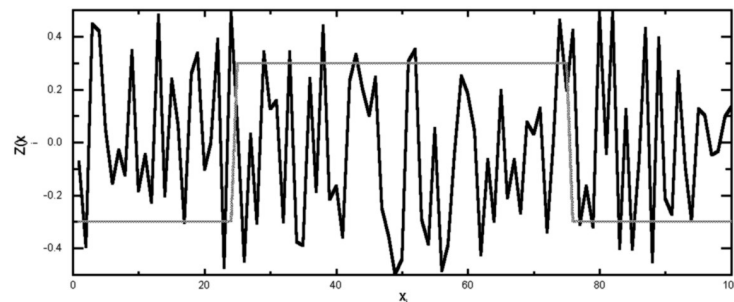


Abbildung 11: Beide Oberflächen haben eine globale RMS-Rauhigkeit von 0,3. Die lokale RMS-Rauhigkeit der unkorrelierten Oberfläche beträgt ebenfalls 0,3, wohingegen die lokale RMS-Rauhigkeit der Stufe 0,06 beträgt.

Daher muß beim Vergleich von RMS-Rauhigkeiten auch stets der Scanbereich mit angegeben werden. Um Fehler zu minimieren sollte stets an mehreren Stellen der Probe der RMS-Wert bestimmt werden. Zudem sollte er bei 3 verschiedenen Scangrößen verifiziert werden. Unter Umständen gibt es systematische Änderungen der RMS-Rauhigkeit mit der Scangröße.

### 3.5 Autokorrelation (Autokovarianz)

Oft interessieren einen aber die charakterischen Abstände von Strukturen auf der Probe. Abmessen der Abstände per Hand ist mühsam, deswegen gibt es Versuche, geeignete Funktionen zu definieren, aus denen sich direkt Periodizitäten ablesen lassen. Wünschenswerte sind weiterhin Verfahren, die im Ortsraum arbeiten, d.h. ohne Fouriertransformationen. Eine solche Funktion, die Autokorrelationsfunktion einer eindimensionalen Reihe von Höhenwerten  $z_i$ , ist folgendermaßen definiert:

$$G(l) := \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N-l} z_i z_{l-i}. \quad (4)$$

$G(l)$  hat dabei Maxima, wenn  $L$  einer Vielfachen Periodenlänge entspricht. D.h.  $G(l)$  Maximum folgt  $G(2l)$  Maximum. Für den Fall von AFM-Bildern heißt das, daß praktisch nur das erste Maximum interessant ist.

Die Autokorrelationsfunktion versagt, wenn die Daten zusätzlich eine Steigung  $\propto l$  aufweisen. Am besten fittet man das Bild vorher mit einem Polynom möglichst hoher Ordnung (7 ... 9).

Am einfachsten macht man dies, indem man das Auswerteprogramm auf Höhenprofil- $\zeta$ Autokorrelation umstellt und dann möglichst viele Profillinien markiert und das erste Maximum abliest. Die Werte werden dann statistisch ausgewertet; durch eine Darstellung als Histogramm kann man die Verteilung auch auf lokale Maxima untersuchen.

## 4 Auswertung

Je nach Probengeometrie sind zwei verschiedene Auswertungen sinnvoll – Welche notwendig ist klärt sich in der Vorsprache, da Probenserien aus dem laufenden Arbeitsprogramm verwendet werden. Auf gut deutsch ich weiß noch nicht was eigentlich genau gemessen wird.

### 1. Rauigkeitsanalyse

- Bestimmung der RMS-Rauhigkeit der verschiedenen Proben an verschiedenen Stellen mit jeweils 3 Scangrößen
- Auftragen der Rauigkeit über die Scangröße
- Auftragen und Diskussion der Rauigkeit über den variierenden Probenparameter (z.B. Wachstumsrate)

### 2. Strukturanalyse

- Bestimmung charakteristischer Periodizitäten oder Strukturbreiten (z.B. Terrassenbreite)
- Auftragen und Diskussion der Strukturgröße über den variierenden Probenparametern (z.B. Wachstumstemperatur)

## 5 Checkliste Messen im Contact Mode

Auch wenn der nachfolgende Text wahrscheinlich nur Kauderwelsch ist, sollte er dennoch mal gelesen werden. Spätestens nach der Einführung in das Gerät durch den Betreuer wird alles viel klarer. Für alle die schon mal gemessen haben dient diese Anleitung als Kochrezept

1. Spitze einlegen (steht im Manual p. 5ff - ist mir jetzt zu kompliziert zum erklären; ist auch ganz einfach, nur eben frickelig.)
2. Laser auf Spitze justieren entweder mittels Mikroskop oder über das Beugungsbild den Laser so justieren, daß er im vorderen Drittel auf die Spitze trifft. siehe Manual p. 5ff Die Gesamtintensität an den Dioden (ovale LED) sollte zwischen 6 V und 9 V liegen. Evtl. muß der Spiegel (Hebel auf der Rückseite des Meßkopfs) nachjustiert werden. Schritte 1) & 2) macht man einmal am Tag, in der Regel bleibt es dann stabil.
3. Probe einlegen
  - Federn lösen & Kopf abnehmen
  - Probe aufschieben - nicht aufknallen lassen! (Um Probe, Magnet und vor allem den Scanpiezo zu schonen)
  - Kopf wieder aufsetzen Vorsicht auf Spitze! (Eine leichte Berührung reicht und das war's dann!!!)
4. Diodenarray justieren
  - Gesamtintensität checken! Falls die ovale LED weniger als 7.2 V anzeigt, müssen Laser oder Spiegel nachjustiert werden
  - Iteratives ausrichten des Arrays siehe auch Manual chap. 5.4
    - linker Schalter in mittlerer Position (AFM & LFM) mit hinterer Mikrometerschraube untere LED-Anzeige auf 0 V (<1 V) minimieren
    - linker Schalter in vorderer Position (TM AFM ) mit oberer Mikrometerschraube untere LED-Anzeige auf 0 V (<1 V) minimieren
    - linker Schalter in mittlere Position (AFM & LFM) mit hinterer Mikrometerschraube untere LED-Anzeige auf 0 V (<1 V) minimieren
  - Vorspannung einstellen durch Verstellen oberer Mikrometerschraube obere LED-Anzeige auf ca. -2.5 V setzen
5. Microscope settings einstellen
 

Settings auf dem Bildschirm einstellen (evt. komplett neu laden, mit "microscope - settings - load" die Datei "con-tim" laden) Besonders wichtig: Contact mode? Richtiger Scanner? Scan size = 1 µm? Setpoint = 0?
6. Annäherung (approach)
  - Grobannäherung  
mit den beiden vorderen Mikrometerschrauben. Dabei immer mit dem Mikroskop den Abstand überwachen! Es sollten zwischen dem Laserspot auf der Spitze und dem Spiegelbild auf der Probe noch mindestens 4 Spotdurchmesser Abstand sein. Der Scankopf sollte jetzt etwa horizontal ausgerichtet sein.
  - Fein Annäherung mit rechtem seitlichem Hebel (down) solange fahren bis Laserspot auf der Spitze und Spiegelbild auf der Probe gerade noch deutlich zu unterscheiden sind. Gleichzeitig die Bewegung der Spitze auf dem Monitor verfolgen! Langsam sollten Spitze und Oberfläche gleichermaßen scharf zu erkennen sein. Wichtig: Die Gesamtintensität des Diodenarrays (ovale Anzeige) sollte nicht weniger werden, sonst sitzt man bereits auf!
7. Aufsetzen der Spitze (tip engage) - Starten der Messung
 

Falls auf dem Monitor Dreckklumpen direkt oberhalb der Spitze zu sehen sind, muß nochmals etwas weg gefahren werden und an anderer Stelle wieder angenähert werden. Sonst kann man jetzt den computergesteuerte Annäherung beginnen: Mausklick auf das Bild mit der Spitze mit dem grünen Pfeil nach unten (engage)

Ab jetzt die Meßapparatur (inklusive Granitblock & Videokamera) nicht mehr berühren! Außerdem nicht Lachen, Husten oder Stühlerücken!

## 8. Force calibration

Um zu Überprüfen ob man sich wirklich auf der Oberfläche befinden, aber andererseits nicht zu fest aufdrückt, sollte man jetzt in das Menü "force calibration" gehen um hier den Setpoint einzustellen. (siehe Manual chap. 6.4.1 für weiter Details) Ist die Oberfläche noch nicht erreicht, sollte der Setpoint in 0.3 V Schritten erhöht werden. (Dazu: Spitze wegfahren (Icon "roter Pfeil nach oben" - "tip secured"); setpoint erhöhen; Spitze erneut anfahren (Icon "grüner Pfeil nach unten" - "tip engage")

## 9. Einstellen des Gains

Im Linescan modus (Icon mit Sinuskurven) integral und proportional gain optimieren. Dabei sollte das Fehlersignal möglichst klein werden aber eben gerade noch keine Resonanz (Oszillationen) zeigen.

## 10. Messen und Bild speichern

Im Menu "capture - filename" den Namen der Datei angeben in die die Daten gespeichert werden sollen (bei Endung .001 zählt das Programm automatisch weiter). Das Speichern (capture) aktivieren durch klicken des Fotoapparat-icons. Die Messung läuft fortwährend mit, gespeichert wird immer wenn die scan line oben oder unten auf der Seite ankommt. Verstellt man während der Messung Parameter dann nimmt er das Bild nicht mehr auf (unten am Bildschirm: Capture: Next). Klickt man dann nochmals auf den Photoapparat tut er es doch (Capture: Forced) Man kann während des Messens in den off-line modus wechseln, wenn vorher Capture: On, dann nimmt er das Bild auch auf. Allerdings dürfen dann während der Messung keine Parameter mehr verändert werden, sonst wirft er das Bild in den Müll.

## 11. Messung beenden Spitze sichern / wegfahren mit icon "roter Pfeil nach oben" (tip secured). Erst dann mit rechtem Hebel und Mikrometerschrauben ganz wegfahren. (Kontrolle durch das Mikroskop!)

Nächste Probe:

Weiter ab Schritt 3). Die Justage des Diodenarrays sollte man bei jedem neuen Approach überprüfen. Bei längeren Messungen sollte man im ForceCallibrationMode überprüfen ob der setpoint nicht gewandert, weil sonst die Spitz entweder abhebt (merkt man sofort) oder hart über die Oberfläche kratzt (merkt man später).

## 12. Abends

Wenn dann der Spaß ein Ende hat:

- Capture Drive (! :) leeren. Dazu alles auf eine Zip-Diskette (D :) verschieben)
- Erst Controller dann Computer ausschalten.
- Bleiklotze unter Tisch schieben (um die Bungeeseile zu entlasten).
- Kurze Notiz ins AFM-Buch (incl. besonderer Vorkommnisse)

**weiterführende Literatur**

- [1] *Handbuch zum Nanoscope III*. Digital Instruments, 1996. Lektüre empfiehlt sich während der Messungen im dunklen Keller.
- [2] R. Wiesendanger and H.-J. Güntherodt, editors. *Scanning Tunneling Microscopy II: Further Applications and Related Scanning Techniques*. Springer, Berlin Heidelberg New York, 2nd edition, 1995.
- [3] S. N. Magonov and M.-H. Whangbo. *Surface Analysis with STM and AFM: Experimental and Theoretical Aspects of Image Analysis*. VCH, Weinstein, New York, 1996.