

1 Einleitung

Mit der Entwicklung des Rastertunnelmikroskops im Jahr 1982 durch Binnig und Rohrer [1], die 1986 mit dem Physik-Nobelpreis ausgezeichnet wurde, wurde eine neue Klasse von Mikroskopen zur Analyse von Oberflächen geschaffen, die eine hohe Ortsauflösung vom Submikrometerbereich bis hinunter zu atomaren Abmessungen aufweisen. Bei diesen Mikroskopen wird eine möglichst feine Sonde über eine Oberfläche geführt und eine bestimmte Wechselwirkung der Sonde mit der Oberfläche detektiert. Im Fall des Rastertunnelmikroskops ist dies etwa der quantenmechanische Tunnelstrom, bei dem später entwickelten optischen Rasternahfeldmikroskop [2,3] hingegen das optische Nahfeld und beim Rasterkraftmikroskop [4] die Kraft, die zwischen der untersuchten Oberfläche und der Sonde wirkt. Als kraftmikroskopische Sonde wird dabei im Allgemeinen ein mikromechanischer Federbalken verwendet, an der sich eine kleine Messspitze befindet.

Inzwischen hat gerade das Rasterkraftmikroskop als eines der wichtigsten Werkzeuge der Nanotechnologie große Verbreitung in den verschiedensten Bereichen der Wissenschaft, wie der Physik, der Biologie, der Chemie, den Materialwissenschaften, aber auch den Ingenieurwissenschaften gefunden. Zu den Vorzügen der Rasterkraftmikroskopie zählt neben einem kompakten Aufbau auch die Anwendbarkeit für nicht leitfähige Proben und unter sehr verschiedenen Umgebungsbedingungen. So kann das Rasterkraftmikroskop nicht nur im Ultrahochvakuum, sondern auch an Luft und an anderen Gasen oder unter Flüssigkeiten eingesetzt werden. Die Anwendungsmöglichkeiten der Rasterkraftmikroskopie (= AFM für **A**tomic **F**orce **M**icroscopy) beschränken sich dabei nicht nur auf die dreidimensionale Erfassung von Oberflächenprofilen, sondern erstrecken sich über die Messung von Adhäsionskräften und die Untersuchung elektrischer Potentiale [5] bzw. magnetischer Kräfte [6] bis hin zur gezielten Beeinflussung und Manipulation von Oberflächen mit Nanometergenauigkeit [7]. Es wurde eine Vielzahl von Messmethoden entwickelt, mit denen es insbesondere auch möglich ist, mechanische Eigenschaften der Probe, wie zum Beispiel die gegenüber der Messsonde auftretenden Reibungskräfte [8] oder auch elastische Eigenschaften der Probe [9] mit der für das Rasterkraftmikroskop typischen hohen Ortsauflösung zu untersuchen. Die Messung dieser Eigenschaften ist sehr hilfreich

bei der Charakterisierung heterogener Oberflächen und auch aus materialwissenschaftlicher Sicht von hoher Relevanz, etwa für die Entwicklung von neuartigen Werkstoffen oder Verbundwerkstoffen. In der Praxis erweisen sich die benötigten Messmethoden jedoch oft als nicht trivial.

Eine verbreitete Methode zur Untersuchung elastischer Probeneigenschaften stellt die so genannte Kraftmodulationsmikroskopie oder FMM (für **F**orce **M**odulated **M**icroscopy) dar. Obwohl diese auf einem sehr einfachen Grundprinzip einer reversiblen Indentation basiert, bei der die Eindringtiefe der Messsonde bei mechanischem Andrücken gegen die Probenoberfläche ausgewertet wird, gibt es häufig Schwierigkeiten bei der Interpretation der gewonnenen Daten. Oft werden nur qualitative Daten publiziert und es kommt gerade bei härteren Probensystemen zu Artefakten, die zu Fehlinterpretationen führen können. Obwohl hierfür in einigen Arbeiten der Einfluss von Reibungskräften in Folge der üblichen Sensorgeometrie als vermutete Ursache genannt wird, fehlte bis dato ein genaues Verständnis für den Kontrastmechanismus beim FMM [65, 66, 67, 69]. Vielmehr wurden in den genannten Arbeiten häufig alternative und oft deutlich aufwendiger zu implementierende und komplizierter handhabbare Verfahren vorgeschlagen, um das Potential des Rasterkraftmikroskops zur Messung elastischer Eigenschaften auf der Nanometerskala zu nutzen.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war es, ein besseres Verständnis des Abbildungsverhaltens des kraftmodulierten Rasterkraftmikroskops auf bisher als problematisch erachteten harten Probensystemen unter Berücksichtigung des Einflusses von Reibung zu erlangen. Dabei sollte zudem geprüft werden, in wieweit das gewonnene Verständnis des Abbildungsmechanismus beim FMM neue Anwendungsmöglichkeiten der Methode eröffnet.

Nach der Beschreibung wichtiger und für das Verständnis der Arbeit notwendiger Grundlagen der Rasterkraftmikroskopie (Kapitel 2) wird in Kapitel 3 zunächst das Biegeverhalten des Kraftsensors und das daraus resultierende Detektionsverhalten theoretisch behandelt. Dabei werden im Gegensatz zu der üblichen Beschreibung des AFM die Dreidimensionalität der auf den Sensor wirkenden Kräfte und die spezielle Sensorgeometrie berücksichtigt. Ausgehend von einem Finite-Elemente-Modell für die verbreiteten V-förmigen Federbalken, mit dem die Federkonstantenmatrix und die Detektionsempfindlichkeiten des Sensors berechnet wurden, wurden diese Größen dann mit Methoden der linearen Algebra auf die spezielle Geometrie der rasterkraftmikroskopischen Sensorik übertragen und zur besseren Handhabung für wichtige Spezialfälle skalare Größen abgeleitet bzw. eingeführt, die in den folgenden Kapiteln Anwendung finden.

In Kapitel 4 werden dann Ergebnisse von Modulationsexperimenten mit Auflösung des atomaren Gitters der Probe vorgestellt, die einerseits eine experimentelle Überprüfung des Biege- und Detektionsmodells ermöglichen und die andererseits Rückschlüsse auf die Bewegung der Messsonde und den Einfluss von Reibung auf das Detektionsverhalten beim FMM erlauben. Die Grundidee dabei ist, dass auf atomar flachen, periodisch geordneten Probensystemen mit dem AFM die atomare Gittergeometrie abgebildet werden kann. Die Abbildung ist dabei gekennzeichnet durch so genannte Stick-Slip-Prozesse. Dabei springt die Messspitze unstetig von Gitterposition zu Gitterposition und es kann die Bewegung der Messspitze auf einer atomaren Skala auf eine von dem oben genannten Biege- und Detektionsmodell unabhängige Weise untersucht werden kann.

In Kapitel 5 werden diese Erkenntnisse dann genutzt, um mit einem einfachen Reibungsmodell das Detektionsverhalten beim FMM zu modellieren. Der mit diesem Modell theoretisch berechnete Verlauf der beim FMM aufzunehmenden Messsignale als Funktion der Modulationsamplitude wurden mit experimentell aufgenommenen Daten verglichen und es wurde eine gute Übereinstimmung erzielt. Anhand des Modells kann dann systematisch der Einfluss von Reibung und Kontaktsteifigkeit auf die beim FMM gewonnenen Daten diskutiert werden und ein detailliertes Verständnis für den Kontrastmechanismus beim FMM erzielt werden.

In Kapitel 6 wird schließlich das anhand der beschriebenen Modelle gewonnene Verständnis des Detektionsverhaltens beim FMM dazu genutzt, neue Methoden zu entwickeln, mit denen das FMM gezielt eingesetzt werden kann, um Reibungskräfte zwischen der Sonde und der Probenoberfläche zu messen und über die Bestimmung der lateralen Steifigkeit des Spitze-Probe-Kontaktes auf elastische Eigenschaften der Probe zu schließen. Dabei weisen diese im Rahmen der Arbeit neu entwickelten Methoden entscheidende Vorteile gegenüber den bisher bekannten Methoden auf. Bei ersten Anwendungen, die in der Arbeit vorgestellt werden, konnten bereits materialwissenschaftlich relevante Ergebnisse erzielt werden.

2 Grundlagen der Rasterkraftmikroskopie

2.1 Funktionsprinzip und experimenteller Aufbau

Das Funktionsprinzip ist allen Rastersondenmikroskopen (SPM für **Scanning Probe Microscope** oder SXM, wobei X als Variable für eine mögliche Mikroskopart verwendet wird) gemeinsam, nämlich das zeilenweise Abrastern (Scannen) einer Probenoberfläche mit Hilfe einer feinen Messsonde und die Aufzeichnung einer für den Typ des Mikroskops charakteristischen Wechselwirkung zwischen Sonde und Probe. Diese Wechselwirkung wird als eine lokale Eigenschaft der Probe mit hoher lateraler Auflösung erfasst und kann in zweidimensionalen Bildern dargestellt werden.

Die laterale Ortsauflösung ist dabei nicht durch eine fundamentale Länge der Wechselwirkung wie z.B. der Wellenlänge des Lichtes begrenzt, sondern insbesondere durch Geometrie und Abstand des Sensors. Es werden Ortsauflösungen vom Sub-Mikrometerbereich bis hinab in atomare Dimensionen erreicht. Zur Durchführung der Rasterbewegung kommen piezoelektrische Stallelemente, die so genannten Scanner, zum Einsatz, mit deren Hilfe die Probe in den drei Raumrichtungen relativ zu einer ortsfesten Sonde mit einer hohen Genauigkeit positioniert werden kann.

Beim 1986 von Binnig, Quate und Gerber vorgestellten Rasterkraftmikroskop (AFM für **Atomic Force Microscope**) [4] stellt die zwischen einer als Sonde eingesetzten Tastspitze und der Probenoberfläche wirkende Kraft die zu messende Wechselwirkung dar. Als Sensor dient dabei der so genannte Cantilever, eine kleine, einige 100 μm lange, einseitig eingespannte Blattfeder, an deren freiem Ende die nur wenige Mikrometer lange Tastspitze angebracht ist. Der Apex dieser Tastspitze weist typischerweise einen Spitzenradius von nur wenigen zehn Nanometern auf. Auf die Messspitze einwirkende Kräfte führen zu einer Verbiegung des Cantilevers, welche detektiert werden kann. Die wirkende Kraft ergibt sich