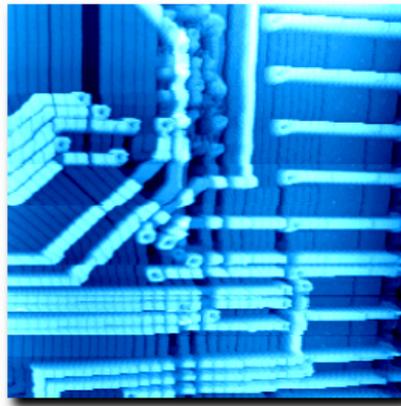




UNIVERSITÄT
KARLSRUHE (TH)

Rauheitsuntersuchung und Nanostrukturierung mit dem Rasterkraftmikroskop: Experimente und Bildanalysen



Diplomarbeit
vorgelegt von
Sven Paulus

Institut für Angewandte Physik
Universität Karlsruhe
30. November 1999

Erstgutachter: Prof. Dr. Th. Schimmel
Zweitgutachter: Prof. Dr. D. Gerthsen

Erklärung

Hiermit versichere ich, daß ich die vorgelegte Diplomarbeit am Institut für Angewandte Physik der Universität Karlsruhe unter der Leitung von Prof. Dr. Th. Schimmel selbstständig durchgeführt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt habe.

Karlsruhe, den 30. November 1999

(Sven Paulus)

Prüfungsexemplar

(Prof. Dr. Th. Schimmel)

Danksagungen

Bedanken möchte ich mich bei allen, durch deren Hilfe das Gelingen dieser Diplomarbeit erst möglich wurde, insbesondere:

- bei Prof. Dr. Th. Schimmel für die freundliche Aufnahme in seiner Arbeitsgruppe und die interessante und vielseitige Aufgabenstellung. Durch seine Betreuung und wertvollen Ratschläge trug er wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit bei.
- bei Prof. Dr. D. Gerthsen für die Übernahme des Korreferates.
- bei Matthias Müller für viele lehrreiche Erklärungen und Hilfestellungen während der ganzen Diplomarbeitszeit.
- bei Christian “ChrO” Obermair für die Korrektur einiger Kapitel und für seine Hilfestellung bei den Strukturierungsexperimenten, bei der Erzeugung der Polymerfilme und bei jeglichen technischen Problemen.
- bei Andreas Pfrang ebenfalls für die Durchsicht einiger Kapitel.
- bei Peter Schunk für die Einweisung in das Park-Messsystem und viele kleine Tipps.
- bei Prof. Dr. M. Wegener für die Möglichkeit zur Mitbenutzung der Aufdampfanlage.
- bei Herrn G. Scheiber für die Hilfestellung beim Erzeugen der Metallinselfilme.
- bei Daniela Buhr für viele, viele motivierende und aufmunternde Worte. Danke :-)
- bei Ralph Kondziella für die Unterstützung beim Druck der Diplomarbeit und die Beschaffung des gehäuselosen Mikrochips.
- bei meinem Vater für die Korrektur der vorliegenden Arbeit.
- bei dem Arbeitskreis für Kultur und Kommunikation der Universität Karlsruhe für die Möglichkeit der Benutzung der dort vorhandenen Rechenanlagen.
- den Mitarbeitern der Feinmechanik- und der Elektronik-Werkstätten, die bei vielen kleinen und manchen “gewichtigeren” Problemen schnell eine Lösung parat hatten.
- bei allen Mitgliedern des Instituts für Angewandte Physik, besonders bei den Mitarbeitern der Arbeitsgruppe Schimmel, für die gute Zusammenarbeit und das angenehme Betriebsklima.

Diese Arbeit ist meinen Eltern gewidmet, durch deren Vertrauen und Unterstützung mir mein Studium erst ermöglicht wurde.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung und Motivation	1
2	Grundlagen der Rasterkraftmikroskopie	3
2.1	Funktionsprinzip des Rasterkraftmikroskops	3
2.2	Theoretische Grundlagen	5
2.2.1	Langreichweitige Kräfte	5
2.2.2	Kurzreichweitige Kräfte	7
2.2.3	Lennard-Jones-Potenzial	8
2.2.4	Weitere Wechselwirkungen	9
2.2.5	Kraftspektroskopie	10
2.3	Messmodi	11
2.3.1	Contact-Mode	11
2.3.2	Kraftmodulationsmikroskopie	13
2.3.3	Non-Contact-Mode	14
2.3.4	Intermittent-Contact-Mode	15
3	Experimenteller Aufbau	16
3.1	Allgemeiner Aufbau eines Rasterkraftmikroskops	16
3.1.1	Messeinheit	16
3.1.2	Röhrenscanner	18
3.1.3	Cantilever	21
3.1.4	Lichtzeigerprinzip zur Detektion der Cantileverablenkung	23
3.2	Besonderheiten des Park-Universal-Systems	24
3.2.1	Steuer- und Kontrolleinheit	24
3.2.2	AFM-Messmodul	25
3.2.3	Messrechner	25
3.3	Besonderheiten des Eigenbau-Messsystems	26
3.3.1	Messelektronik	26
3.3.2	Messrechner und Wandlerkarte	27
3.3.3	Sonstiges	28
3.4	Testmessungen und Eichungen	29

4	Entwicklung der Auswertesoftware SXMEdit	32
4.1	Motivation, Grundideen und Konzepte	32
4.2	Bedienungsanleitung	33
4.2.1	Auswertefunktionen	33
4.2.2	Bildbearbeitung	41
4.2.3	Laden und Speichern	50
4.2.4	Sonstige Funktionen	57
4.3	Beschreibung der Realisierung und innerer Funktionsweisen	60
4.3.1	Allgemeines	60
4.3.2	Beschreibung der Gliederung des Quellcodes	60
4.3.3	Nötige Schritte zum Hinzufügen einer weiteren Darstellung	65
5	Rauheitsanalyse von Oberflächen dünner Metallinseln	67
5.1	Einleitung und Motivation	67
5.2	Übersicht über die verschiedenen Rauheitskennwerte	68
5.2.1	Definitionen von Rauheitskennwerten entlang eindimensionaler Messstrecken	68
5.2.2	Definitionen von Rauheitskennwerten auf zweidimensionalen Flächen	72
5.3	Erzeugung der Goldinseln	73
5.4	Auswertungen ohne Längenabhängigkeiten	74
5.4.1	Rauheitsanalyse auf Goldinseln	74
5.4.2	Einfluss des Scanwinkels auf die berechneten Rauheitswerte	82
5.5	Rauheitsanalyse mit Längenabhängigkeiten nach bestehenden Methoden	85
5.5.1	Einleitung	85
5.5.2	Auswertung	88
5.6	Rauheitsanalyse mit Längenabhängigkeiten nach neuentwickelten Methoden	92
5.7	Zusammenfassung	97
6	Oberflächenmodifikationen und Nanostrukturierung	98
6.1	Einleitung und Motivation	98
6.2	Erzeugen der Polymerfilme durch Spin-Coating	99
6.3	Oberflächenmodifikationen der Polymerfilme durch den Scanvorgang	101
6.4	Elastizitätskontraste auf Polymerfilmen	106
6.5	Gezieltes "Fräsen" von Strukturen auf PMMA-Oberflächen	108
6.6	Strukturierung auf Tesa-Film	115
6.7	Strukturierung von Goldinseln	116
6.8	Zusammenfassung	121
7	Zusammenfassung und Ausblick	122
	Literaturverzeichnis	124

1 Einleitung und Motivation

Die rasant fortschreitende Entwicklung der Mikroelektronik führt zur stetigen Erhöhung der Integrationsdichte und zur Miniaturisierung der einzelnen Bauelemente, um höhere Schaltgeschwindigkeiten und damit höhere Verarbeitungsgeschwindigkeiten zu erreichen. In den vergangenen Jahrzehnten konnte die Anzahl der Transistorfunktionen je Mikrochip exponentiell gesteigert werden. Die Strukturgrößen moderner Halbleiterbauelemente liegen bereits weit unterhalb eines Mikrometers. Die direkte Untersuchung von Oberflächen ist auf dieser Größenskala mit der optischen Mikroskopie aufgrund der Beugung des Lichtes nicht mehr möglich. Stattdessen bietet sich der Einsatz der Elektronenmikroskopie und der recht jungen Technologie der Rastersondenmikroskopie an.

Vorteile der Rastersondenmikroskopie liegen im geringen Aufwand bei der Probenpräparation und der Möglichkeit, Messungen sowohl unter Umgebungsbedingungen als auch im Hochvakuum, in Schutzgasatmosphären oder unter Flüssigkeiten durchzuführen. Damit erschließt sich ein weites Spektrum von Untersuchungsobjekten bis hin zu organischen Präparaten. Neben dem Rastertunnelmikroskop fand das 1986 entwickelte Rasterkraftmikroskop die weiteste Verbreitung. Seine Funktionsweise und die verschiedenen Messmodi werden in den Kapiteln 2 und 3 beschrieben.

Untersuchungen mit dem Rastersondenmikroskop können – im Gegensatz zu optischen Mikroskopen – nicht unmittelbar beobachtet werden. Die Visualisierung der Messdaten geschieht erst mit Hilfe eines Computers. Einen Schwerpunkt der Diplomarbeit bildete die Entwicklung einer Auswertesoftware für die Rastersondenmikroskopie. Ihr Funktionsumfang beinhaltet neben der Vorschau, Anzeige und Vermessung von Messbildern, der Generierung verschiedener Darstellungsformen und mehrerer Filtermöglichkeiten auch Funktionen zur Erstellung von Rauheitsanalysen. In Kapitel 4 werden die Grundideen der zur Anwendung kommenden Konzepte, die Bedienung und die Funktionsweisen erläutert. Es wird darüber hinaus ein Überblick über den inneren Aufbau der Software gegeben.

Da mit dem Rasterkraftmikroskop geeichte Höhendaten aufgenommen werden können, eignet es sich gut zur Bestimmung von Rauheitswerten der untersuchten Oberflächen. Einen Überblick über die Verfahren zur Rauheitsanalyse gibt Kapitel 5. Dort werden die

verschiedenen Rauheitsgrößen erläutert und einander gegenübergestellt. Vergleichende Rauheitsanalysen von Oberflächen dünner Goldinselfilme lassen die Aussagekraft der verschiedenen Bewertungsgrößen erkennen. Es wurden sowohl längenunabhängige Rauheitswerte ermittelt, als auch eine Rauheitsspektroskopie, also die Bestimmung von Rauheitswerten in Abhängigkeit der lateralen Ausdehnung, durchgeführt.

Das Rasterkraftmikroskop wurde ursprünglich zur Oberflächenabbildung entwickelt. Doch schon früh zeigte sich, dass es auch zur gezielten Modifizierung von Oberflächen auf kleinster Skala genutzt werden kann. Insbesondere die Strukturierung von Polymeren, wie PMMA, ist von Interesse, da diese als Resistschichten auf Wafern bei der Herstellung von Halbleiterbauelementen eingesetzt werden. Die dabei angewandten fotolithografischen Techniken erreichen bei Strukturgrößen um 100 nm ihre Untergrenze. Mit dem Rasterkraftmikroskop sind Modifikationen auf kleinerer Größenskala möglich. In Kapitel 6 werden Experimente zur gezielten Nanostrukturierung auf PMMA-Oberflächen beschrieben. Diesen werden Strukturierungsversuche auf Polypropylenfilmen und Goldinselfilmen gegenübergestellt.

2 Grundlagen der Rasterkraftmikroskopie

2.1 Funktionsprinzip des Rasterkraftmikroskops

Unter dem Begriff Rastersondenmikroskopie (SPM für **S**canning **P**robe **M**icroscopy, auch SXM, wobei X als Variable für die verschiedenen Detektionsmethoden aufgefasst wird) wird eine breitgefächerte Familie von Messmethoden zusammengefasst. Ihnen gemeinsam ist, dass mit einem Detektor, der im Idealfall eine vernachlässigbar kleine Ausdehnung besitzt, eine Oberfläche mit sehr hoher Ortsauflösung zeilenweise abgetastet (“abgerastert”) wird, wobei lokale Eigenschaften der Probe detektiert werden.

Das 1982 von Binnig und Rohrer entwickelte Rastertunnelmikroskop (STM für **S**canning **T**unneling **M**icroscope) [1, 2] war das erste der Rastersondenmikroskope. Bei ihm wurde der quantenmechanische Tunneleffekt ausgenutzt. Danach können Elektronen mit einer gewissen Wahrscheinlichkeit eine Potenzienschwelle endlicher Höhe und endlicher Breite auch dann durchdringen, wenn dies für ein klassisches Teilchen aus Energiegründen nicht möglich ist. Daraus resultiert ein geringer Strom, der exponentiell mit zunehmendem Abstand der detektierenden Spitze der Rastertunnelsonde von der Probenoberfläche abnimmt. Das Messverfahren ermöglicht eine sehr hohe Abstandsauflösung. Das STM bot erstmalig die Möglichkeit, Oberflächen bis hin zur atomaren Skala im Ortsraum zu erkunden [3]. Als Auflösung können bis zu 10^{-11} m senkrecht zur Oberfläche und $2 \cdot 10^{-10}$ m parallel dazu erreicht werden.

Im Fall des Rasterkraftmikroskops (AFM für **A**tomic **F**orce **M**icroscope, seltener auch SFM für **S**canning **F**orce **M**icroscope) [4] wird als Detektor eine sehr feine Spitze, der sogenannte Tip, an deren vorderen Ende sich optimalerweise ein einzelnes Atom/Molekül befindet, genutzt. Diese Spitze ist orthogonal am Ende eines flexiblen Balkens, des Cantilevers, platziert. Dieser ist auf der anderen Seite fest eingespannt. Wird nun eine Oberfläche abgefahren, so wirken zwischen Spitze und Probe verschiedene Kräfte (siehe Abschnitt 2.2) und der Cantilever wird nach dem – bei kleinen Auslenkungen gültigen – Hookschen Gesetz verbogen. Auf diese Weise können Kräfte zwischen 10^{-10} N und

10^{-6} N detektiert werden. Im einfachsten Fall wird die Oberflächentopographie der Probe erfasst. Dies geschieht ähnlich, wie wenn ein menschlicher Finger tastend über einen Gegenstand gleitet (Abbildung 2.1).

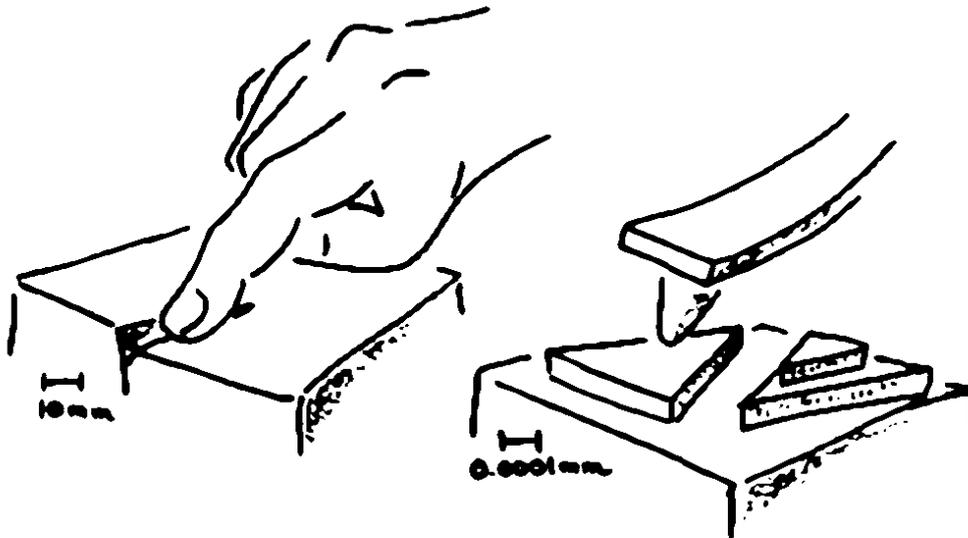


Abbildung 2.1: Dem Abtasten von Oberflächen mit einem Finger und mit der Rasterkraftmikroskopspitze liegt das gleiche Prinzip zu Grunde [5]

In den frühen Rasterkraftmikroskopen wurde die Verbiegung des Balkens zunächst mit Hilfe des Tunneleffekts gemessen [4]. Dazu wurde in geringem Abstand hinter der leitfähigen Rückseite des Cantilevers eine Tunnelspitze angebracht. Die Detektion des Tunnelstromes geschah entsprechend zum STM. Da die Tunnelspitze mechanisch sehr empfindlich ist, ist diese Art der Detektion für Routinemessungen weniger geeignet. Deswegen wurden in der Folgezeit verschiedene interferometrische [6, 7, 8] und kapazitive (die Rückseite des Cantilevers ist als eine Platte eines Plattenkondensators ausgebildet) Detektionsmechanismen entwickelt.

Diese Methoden zeigen jedoch noch deutliche Nachteile bezüglich der erreichbaren maximalen Auslenkung und der Handhabbarkeit. Außerdem ist die Empfindlichkeit nicht unabhängig von der Auslenkung. Bessere Ergebnisse werden mit der Lichtzeigerdetektion [9, 10] erzielt. Diese hat sich heutzutage in der praktischen Anwendung durchgesetzt. Sie ermöglicht die gleichzeitige Bestimmung der Längsdurchbiegung wie auch der Torsion des Cantilevers. Hierdurch können die auf die Spitze wirkenden Normal- und Lateralkräfte gemessen werden (Abbildung 2.2). Ferner ist das Lichtzeigerprinzip unverändert bei Messungen an Luft, in Schutzgasatmosphären, im Ultrahochvakuum und in Flüssigkeiten anwendbar. Die Funktionsweise des Lichtzeigerprinzips wird in Abschnitt 3.1.4

detailliert beschrieben. Eine weitere gelegentlich angewandte Methode zur Messung der Auslenkung basiert auf der Verwendung von piezoelektrischen [11] Materialien als Cantilever. Die Stärke der Biegung kann hierbei anhand des Spannungsunterschiedes zwischen den auf das Piezoelement aufgetragenen Kontakten abgelesen werden.

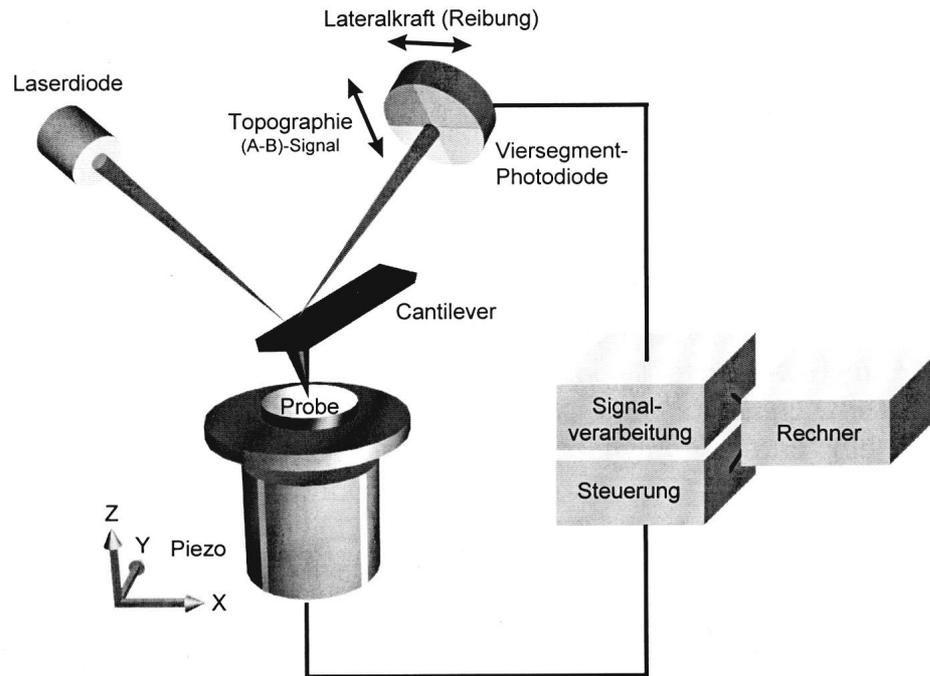


Abbildung 2.2: Funktionsprinzip eines kombinierten Normal- und Lateralkraftmikroskops (aus [12] nach [13])

2.2 Theoretische Grundlagen

2.2.1 Langreichweitige Kräfte

2.2.1.1 Van der Waals-Kräfte

Van der Waals-Kräfte sind schwache Wechselwirkungskräfte zwischen Atomen und Molekülen, die auch noch bei größeren Abständen bis zu einigen hundert Ångström wirksam sind. Diese attraktiven Kräfte zweiter Ordnung wurden erstmals von London quantenmechanisch behandelt. Van der Waals-Kräfte beruhen auf elektrostatischen Wechselwirkungen zwischen Dipolen. Insbesondere bei Gasen und vielen Flüssigkeiten sind sie die

vorherrschenden Kräfte. Bei der Rasterkraftmikroskopie an Festkörpern haben van der Waalssche Kräfte wegen ihrer – relativ zu den anderen Kräften – großen Reichweiten und aufgrund der von ihnen erzeugten Sekundäreffekte wie Adhäsion eine große Bedeutung. Sie treten in drei verschiedenen Formen auf. [15]

- Wirkt die Kraft zwischen zwei permanenten Dipolen, so spricht man von einer *Dipol-Dipol-Wechselwirkung*. Diese attraktive Wechselwirkung wird durch die Orientierung der Dipole und der damit verbundenen Energieabsenkung verursacht. Das Kraftpotenzial zwischen den beiden Molekülen mit den Dipolmomenten μ_n weist eine Abstandsabhängigkeit nach r^{-6} auf. r ist hierbei der Abstand der Moleküle.

$$U_{DD}(r) = -\frac{2\mu_1^2\mu_2^2}{48\pi^2\varepsilon_0^2kTr^6} \quad (2.1)$$

- Bei Vorhandensein eines polaren und eines unpolaren Moleküls tritt der *Induktionseffekt* auf. Dabei deformiert das Molekül mit dem permanenten Dipolmoment die Ladungsverteilung des unpolaren Moleküls. Hierdurch wird ein Dipolmoment erzeugt, das wiederum für ein attraktives Kraftpotenzial zwischen den Molekülen sorgt.

$$U_{Ind}(r) = -\frac{\alpha_2\mu_1^2 + \alpha_1\mu_2^2}{16\pi^2\varepsilon_0^2r^6} \quad (2.2)$$

Hierbei ist α_n die Polarisierbarkeit der Moleküle.

- Auch zwischen unpolaren Molekülen treten Van der Waals-Kräfte auf, dies sind die sogenannten *Londonschen Dispersionskräfte*. Durch die Bewegung der Elektronen innerhalb eines Moleküls entsteht ein temporäres Dipolmoment. Dieses induziert wiederum im Nachbarmolekül ein antiparalleles Dipolmoment. Daraus resultiert ein attraktives, wenngleich auch geringeres, Kraftpotenzial als bei der Wechselwirkung mit permanenten Dipolen oder mit permanentem und induziertem Dipol. Das Kraftpotenzial zwischen den Atomen folgt einer r^{-6} -Abhängigkeit.

$$U_{Disp}(r) = -\frac{3I_1I_2}{2(4\pi\varepsilon_0)^2(I_1 + I_2)} \frac{\alpha_1\alpha_2}{r^6} \quad (2.3)$$

I_n sind die Ionisierungsenergien und α_n die Polarisierbarkeiten der beiden Atome.

2.2.1.2 Kapillarkräfte

Bei typischen atmosphärischen Umgebungsbedingungen lagert sich auf allen hydrophilen Festkörperoberflächen ein dünner Flüssigkeitsfilm an [16], der hauptsächlich aus Wasser besteht. Dieser besitzt zwar nur eine Dicke von wenigen Ångström, führt aber zu einer attraktiven Wechselwirkung von 10^{-8} - 10^{-7} N. Sie liegt somit in einer Größenordnung, die einen deutlichen Einfluss auf Rasterkraftmessungen besitzt. Verursacht werden die Kapillarkräfte durch Oberflächenspannungen, die nach Ausbildung eines Flüssigkeitsmeniskus zwischen Spitze und Probenoberfläche entstehen. Die Stärke der Kapillarkräfte hängt im Wesentlichen von der Dicke des Adsorbatfilms - und damit sowohl von den Materialien der Spitze und der Probe sowie der Luftfeuchtigkeit - und der lokalen Geometrie des Spitzen-Proben-Systems ab.

Um den häufig störenden Einfluß der Kapillarkräfte zu vermeiden, bietet es sich an, die AFM-Messung unter Flüssigkeit [17] oder im Hochvakuum [18] durchzuführen. Messungen unter polaren Flüssigkeiten können auch zu einer starken Abschwächung der detektierbaren van der Waals-Kräfte führen [19], was sich für Messungen an empfindlichen Proben anbietet.

2.2.2 Kurzreichweitige Kräfte

2.2.2.1 Repulsive Kräfte aufgrund des Pauli-Prinzips

Bei direkter Annäherung zweier Atome – wie dies bei sehr geringen Abständen zwischen Spitze und Probe der Fall ist [20] – kommt es zu einem Überlapp ihrer Ladungsverteilungen (Abbildung 2.3). Dieser führt dazu, dass sich die elektrostatische Energie des Systems ändert. Die Änderung wird durch das *Paulische Ausschließungsprinzip* hervorgerufen, welches besagt, dass zwei Elektronen nicht in all ihren Quantenzahlen übereinstimmen dürfen. Bei einem Überlapp der Elektronenwolken haben aber die Elektronen der Atome das Bestreben, Elektronenzustände des jeweilig anderen Atoms zu belegen. Da dies durch das Pauli-Prinzip jedoch verboten ist, entsteht ein abstoßendes Potenzial. Ferner werden die Kernladungen durch die Hüllenelektronen nicht mehr vollständig abgeschirmt. Dies führt zu einer zusätzlichen Abstoßung zwischen den Atomen. Diese Kräfte zeigen eine sehr steile Abstandsabhängigkeit und werden im Allgemeinen durch einen r^{-12} -Term beschrieben.

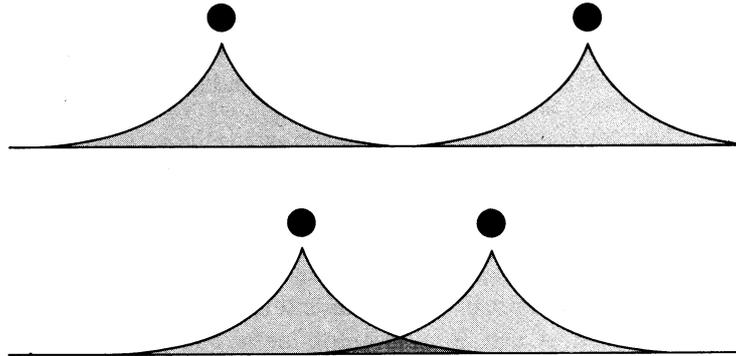


Abbildung 2.3: Überlappung der Ladungsverteilungen bei Annäherung der Atome [21]

2.2.2.2 Reibungskräfte

Beim Abscannen der Probenoberfläche mit direktem Spitzen-Proben-Kontakt können sehr große Reibungskräfte auf die Messspitze wirken. Diese haben einen maßgeblichen Einfluß auf den Abbildungsvorgang und können im Extremfall die meisten anderen Kräfte überdecken. Naturgemäß sind Reibungskräfte sehr kurzreichweitig. Neben den makroskopischen Reibungseffekten treten auf atomarer Skala noch sogenannte “Stick-Slips” auf, also sprunghafte Fortbewegungen der Spitze über die Oberfläche, die sich auch als Reibungsanteile niederschlagen.

2.2.3 Lennard-Jones-Potenzial

Die Überlagerung der wichtigsten vorabgenannten Kraftpotenziale ergibt ein Gesamtpotenzial, das häufig durch das empirisch ermittelte *Lennard-Jones-Potenzial* ausgedrückt wird (Abbildung 2.4). Hierzu werden die Parameter ε und σ eingeführt, welche sich durch Messungen in der Gasphase bestimmen lassen. Zu den Daten, die zur Bestimmung der Parameter verwendet werden, gehören die Virialkoeffizienten und die Viskosität des Gases.

$$U_{LJ}(r) = 4\varepsilon \left[\left(\frac{\sigma}{r} \right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r} \right)^6 \right] \quad (2.4)$$

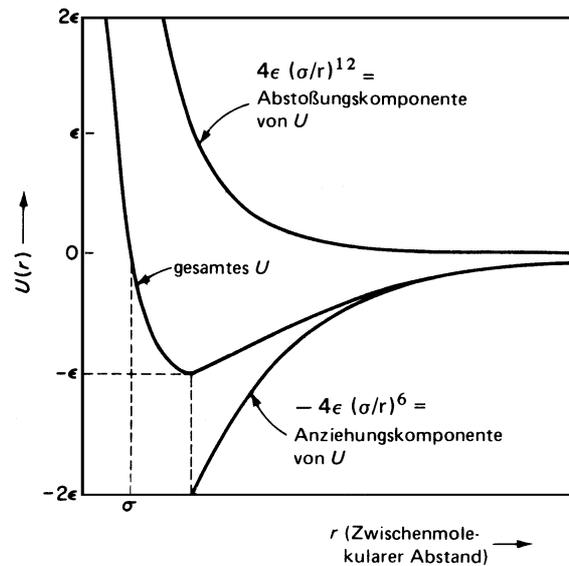


Abbildung 2.4: Das Lennard-Jones'sche 6-12-Potenzial [22]

2.2.4 Weitere Wechselwirkungen

- Die *metallische Adhäsion* ist eine kurzreichweitige, attraktive Wechselwirkung. Sie entsteht, wenn sich bei Annäherung zweier Metalloberflächen die Elektronendichten verändern, um die Oberflächenenergie zu minimieren.
- Besitzen Spitze und Probe magnetische Dipolmomente, so wirken zwischen ihnen *magnetische Kräfte*. Diese sehr langreichweitigen Kräfte werden in der Magnetkraftmikroskopie (MFM für **M**agnetic **F**orce **M**icroscopy) [23, 24] genutzt, um lokale Unterschiede in der Magnetisierung der Probenoberfläche zu detektieren.
- Elektrische Ladungen auf der Probenoberfläche in Verbindung mit einer leitfähigen Spitze ermöglichen es, *Coulombsche Wechselwirkungen* zu detektieren. Dieses Verfahren wird in der Elektrostatischen Kraftmikroskopie (KFM für **K**elvin **F**orce **M**icroscopy) angewandt [25, 26].
- *Chemische Bindungen* zwischen Spitze und Probe können für eine zusätzliche attraktive Kraft sorgen. Durch gezielte Präparation der Messspitze können chemische Bindungen zu einzelnen Molekülgruppen untersucht werden.

2.2.5 Kraftspektroskopie

Bei der Kraftspektroskopie wird die zwischen Cantilever und Probenoberfläche wirkende Kraft in Abhängigkeit von dem Spitzen-Proben-Abstand erfasst. Dies geschieht, indem die Probe in vertikaler Richtung auf- und abbewegt und währenddessen die Cantileververbiegung gemessen wird. Aus der Cantileververbiegung kann die wirkende Gesamtkraft rechnerisch ermittelt werden. Um absolute Kräfte messen zu können, ist es wichtig, dass die Amplitude dieser dreiecksförmigen Anregungsbewegung hinreichend groß ist und dass sich die Spitze völlig von der Probenoberfläche entfernt, d.h. dass die im entferntesten Zustand verbleibenden Kräfte vernachlässigbar sind.

Eine aus der Kraftspektroskopie resultierende Kraft-Abstands-Kennlinie zeigt Abbildung 2.5. Bei großer Entfernung und Annäherung an die Probe wirken nur die schwachen langreichweitigen Kräfte auf den Cantilever (A). Bei weiterer Annäherung wird die Spitze von den zunehmenden van der Waals-Kräften angezogen und nähert sich schlagartig der Oberfläche (B). Dies ist der sogenannte "Snap-In". Der Cantilever wird hierbei deutlich gebogen. Wird der Abstand weiter verringert (C), so zeigt sich bei ideal harter Probenoberfläche und einem dem Hookschen Gesetz folgenden Cantilever ein linearer Zusammenhang zwischen Abstands- und Kraftänderung. Dieser Bereich kann bei bekannter Federkonstante k zum Eichen der Kennlinie verwendet werden, so dass auch Kräfte bei anderen Abständen abgelesen werden können. Wird die Probe wieder zurückgefahren, folgt die Cantileverauslenkung im Idealfall wieder der gleichen Kraft-Abstands-Kurve wie bei der Annäherung. In der Realität kommt es allerdings zu einer Hysterese, die durch den Mechanismus der Probenbewegung mit einem Piezostellelement (siehe Abschnitt 3.1.2) bedingt ist.

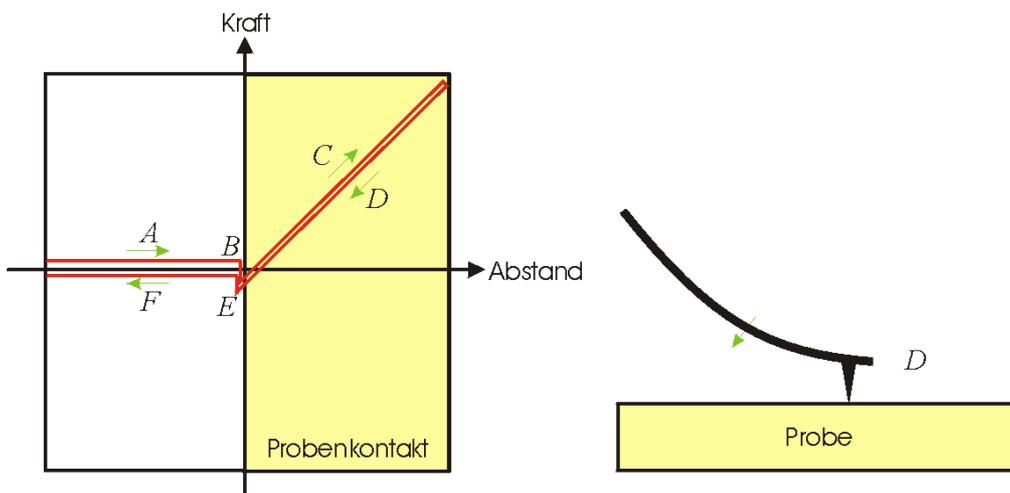


Abbildung 2.5: Kraft-Abstands-Verlauf im Vakuum (nach [22])

Ist auf der Oberfläche ein Wasserfilm vorhanden (Abbildung 2.6) – was bei normalen Umgebungsbedingungen immer der Fall ist –, so wirken zusätzlich die in Abschnitt 2.2.1.2 beschriebenen Kapillarkräfte. Wird die Probe zurückgezogen, kommt es hierdurch zu einer starken attraktiven Kraft, die die Messspitze am Verlassen der Oberfläche hindert. Ist die Verbiegung des Cantilevers groß genug, so dass die Rückstellkraft des Cantilevers die Kapillarkraft kompensiert (E), schnell die Spitze von der Oberfläche weg. Dieser Vorgang wird als ‘Snap-Off’ bezeichnet. Sind außer Wasser noch weitere Adsorbatschichten vorhanden, kann es nacheinander zu mehreren solcher Snap-Offs kommen.

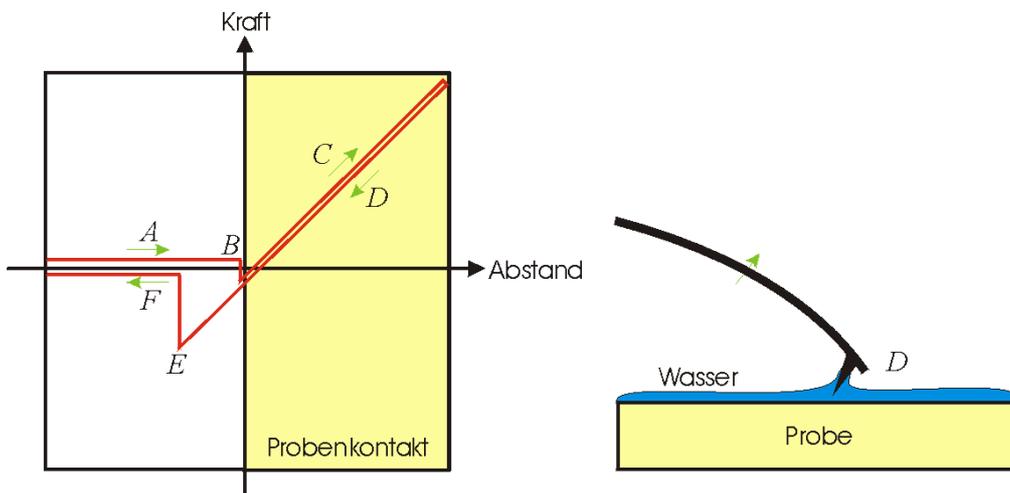


Abbildung 2.6: Kraft-Abstands-Verlauf an Luft mit Wasserfilm (nach [14])

2.3 Messmodi

2.3.1 Contact-Mode

Contact-Mode ist die Bezeichnung für einen Messvorgang, bei dem die Spitze in direktem mechanischen Kontakt mit der Probenoberfläche steht, also repulsive Kräfte auf sie wirken. Hierbei wird ein Cantilever mit einer kleinen Federkonstanten eingesetzt, damit es nicht zu Modifikationen der Probenoberfläche kommt.

2.3.1.1 Scannen mit konstanter Höhe (ungeregelter Modus)

Im unregelmäßigen Modus bewegt sich die Messspitze mit einer konstanten Höhe (“constant height mode”) über die Probenoberfläche (Abbildung 2.7). Dabei reagiert der Cantilever auf Höhenunterschiede der Probe mit einer unterschiedlichen Verbiegung, welche

über das Lichtzeigerprinzip gemessen wird. Da die Cantilverbiegung bei grossen Auslenkungen keinen linearen Zusammenhang zu der Kraft zeigt, ist es nicht möglich, starke Korugationen mit unverfälschter Höheninformation zu messen. Ferner besteht keine Kontrolle über die auftretenden Kräfte, was zur Modifikation der Probenoberfläche führen kann. Somit ist der ungerichtete Modus insbesondere für Proben mit schwacher Korugation geeignet, wie dies z.B. bei Messungen mit atomarer Auflösung, also Scangebieten in der Nanometer-Grössenordnung, der Fall ist. Hierbei lassen sich sehr hohe Scangeschwindigkeiten erzielen. Deshalb ist die Wahrscheinlichkeit des Auftretens periodischer Störungen während des Messvorgangs gering. Die grosse Messgeschwindigkeit vermindert Verzerrungen des Messbildes in Folge einer thermischen Drift und ermöglicht die Beobachtung von Oberflächenprozessen.

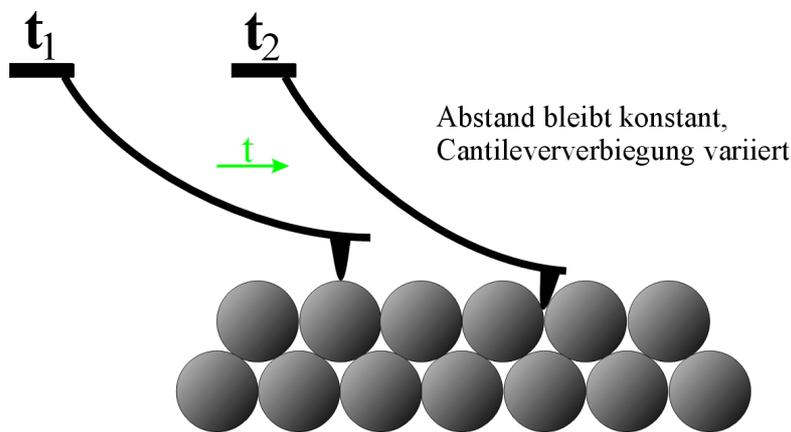


Abbildung 2.7: Scannen mit konstanter Höhe

2.3.1.2 Scannen mit konstanter Kraft (geregelter Modus)

Um Messungen mit genauen Höheninformationen zu erlangen, kann die Messspitze im geregelten Modus über die Probe gefahren werden (Abbildung 2.8). Dabei sorgt ein Regelkreis dafür, dass durch Nachführen des Proben-Spitzen-Abstandes die Wechselwirkungskraft konstant ("constant force mode") gehalten wird. Die Stellgröße für die vertikale Position der Probe ist somit ein direktes Maß für die Proben topographie. Die geregelte Messung bietet den Vorteil, dass die auf die Probe wirkenden Kräfte konstant gehalten werden, was insbesondere bei empfindlichen Proben sehr wichtig ist. Nachteilig wirkt sich aus, dass der Regelkreis aufgrund seiner Reaktionszeit die erreichbare Scangeschwindigkeit begrenzt und dass bei ungenauer Justierung des Regelkreises leicht Eigenschwingungen auftreten können, die die Bildinformation verfälschen.

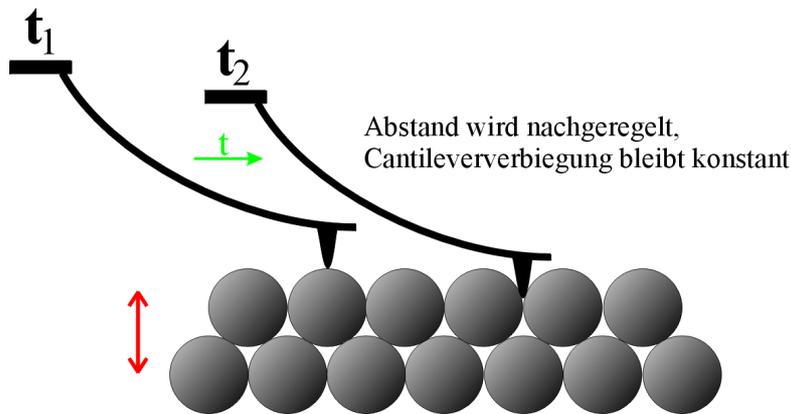


Abbildung 2.8: Scannen mit konstanter Kraft

2.3.1.3 Lateralkraftmikroskopie

Beim Scanvorgang wird der Cantilever im Allgemeinen nicht nur vertikal durchgebogen, sondern es kommt auch aufgrund von lateral wirkenden Kräften zu einer Verbiegung in Scanrichtung. Wird orthogonal zur Längsachse des Cantilevers gescannt, lassen sich diese beiden Verbiegungen gut getrennt mit Hilfe der Lichtzeigerdetektion auflösen. Da bei Oberflächen mit geringen Korngattungen Lateralkräfte primär aufgrund von Reibung zwischen Spitze und Probe auftreten, wird die Lateralkraftmikroskopie (LFM für **Lateral Force Microscopy**) auch häufig Reibungsmikroskopie genannt [27]. Hiermit können Materialkontraste, also durch verschiedene Materialien bedingte Abweichungen der Oberflächeneigenschaften, örtlich aufgelöst aufgenommen werden. Um ein Übersprechen von Topographie-Informationen in die Messung der lateralen Kräfte zu minimieren, sollte im constant force mode gemessen werden. Im Gegenzug kommt es auch zu einer Verfälschung von Topographiemessungen durch Lateralkräfte [28, 29].

2.3.2 Kraftmodulationsmikroskopie

Mit Hilfe der Kraftmodulationsmikroskopie (FMM für **Force Modulation Microscopy**) [30] lassen sich mechanische Eigenschaften der Probe ortsauflöst bestimmen (Abbildung 2.9). Dazu wird die Probe in senkrechter Richtung mit einem periodischen Signal angeregt. In Abhängigkeit von der lokalen Härte der Probenoberfläche überträgt sich diese Schwingung auf den Cantilever und wird dort detektiert. Der Schwingungsanteil wird durch einen Lock-In von dem durch die Topographie bedingten Anteil des Signals getrennt. Dieser ist ein Maß für die elastischen Eigenschaften der Probe [31], deswegen wird diese Messmethode auch oftmals Elastizitätsmikroskopie genannt.

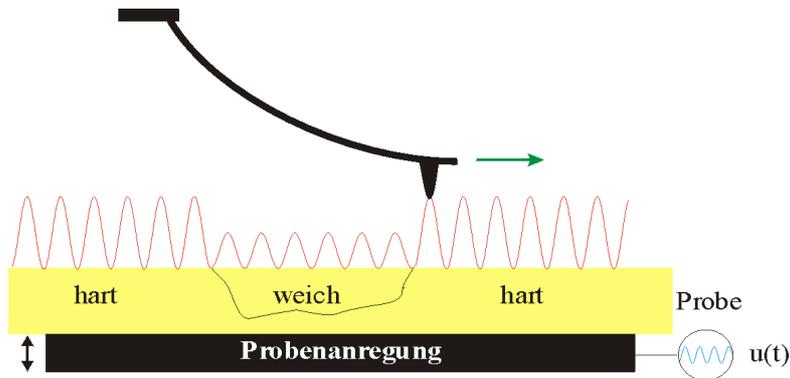


Abbildung 2.9: Kraftmodulationsmikroskopie (nach [14])

Die Kraftmodulationsmikroskopie sollte ebenfalls im geregelten Modus angewandt werden, um durch Höhenunterschiede verursachte Effekte zu vermeiden. Dazu muss die Anregungsfrequenz oberhalb der maximalen Regelfrequenz des Feedback-Kreises für den constant force mode liegen, da ansonsten nicht zwischen Höhen- und Härte-Information getrennt werden kann.

2.3.3 Non-Contact-Mode

Da bei Messungen im *Contact-Mode*, also im Bereich der repulsiven Kräfte, die Spitze zwangsläufig eine starke Kraft auf die Probenoberfläche ausübt, kann dies bei weichen und empfindlichen Proben zu Modifikationen oder gar zur Zerstörung von Oberflächenstrukturen führen. Ferner könnte ein Kontakt der Spitze mit der Probe eine Verunreinigung mit Fremdatomen oder -molekülen zur Folge haben.

Um Abhilfe zu schaffen, ist die Messung im Bereich der wesentlich schwächeren attraktiven Kräfte, also mit einem größeren Abstand von Probe zu Spitze, durchzuführen. Bei diesem als *Non-Contact-Mode* bezeichneten Messmodus wird ein Cantilever mit einer großen Federkonstanten zu Schwingungen in der Nähe seiner Eigenresonanzfrequenz (typischerweise bei einigen hundert kHz) angeregt [6], ohne dass die Spitze in den Bereich der kurzreichweitigen Kräfte kommt. Wird nun die Oberfläche abgescannt, verändern sich die Wechselwirkungen mit der Spitze als Funktion des Ortes. Die Änderung des Kraftgradienten bewirkt eine Verschiebung der Resonanzfrequenz des Cantilevers und Änderungen der Phasenlage und Amplitude der Cantileverschwingung. Wird nun die vertikale Position der Probe auf konstante Amplitude bzw. auf konstante Phasenlage nachgeregelt, lässt sich aus dem Regelsignal unmittelbar die Topographie der Oberfläche bestimmen.

Neben dem eingangs erwähnten Vorteil der zerstörungsfreien Messmöglichkeit an weichen Proben, was insbesondere bei biologischen Systemen wichtig ist, unterliegt die Messspitze außerdem keinerlei Abnutzung. Befindet sich allerdings ein Adsorbatfilm auf der Probenoberfläche, so wird dieser – im Gegensatz zum *Contact-Mode* – mit abgebildet, wodurch die eigentlichen Oberflächenstrukturen überdeckt werden können. Ferner kann aufgrund des großen Spitze-Proben-Abstandes keine Ortsauflösung unterhalb der Nanometerskala erzielt werden.

2.3.4 Intermittent-Contact-Mode

Um die beiden im vorherigen Kapitel genannten Probleme des *Non-Contact-Modes* zu umgehen, wurde der *Intermittent-Contact-Mode* (häufig auch als *Tapping-Mode* bezeichnet) [32] entwickelt. Wie beim *Non-Contact-Mode* wird auch hier der Cantilever in Schwingungen in der Nähe seiner Resonanzfrequenz versetzt. Die Amplitude der Schwingung wird nun so groß gewählt, dass die Spitze die Adhäsionskräfte überwindet und in jeder Schwingungsperiode kurzzeitig die Probe berührt, also in den Bereich der repulsiven Kräfte vordringt. Dieser kurze Kontakt führt zu einem Energieübertrag und somit zur Verringerung der Schwingungsamplitude, welche wiederum durch Nachführen der vertikalen Position der Probe mit Hilfe des Regelkreises konstant gehalten wird. Über das Regelsignal lässt sich die Topographie ermitteln.

Da beim *Intermittent-Contact-Mode* keinerlei lateralen Reibungskräfte auf die Probe ausgeübt werden, ist diese ebenfalls zur Messung empfindlicher Proben gut geeignet.

3 Experimenteller Aufbau

3.1 Allgemeiner Aufbau eines Rasterkraftmikroskops

3.1.1 Messeinheit

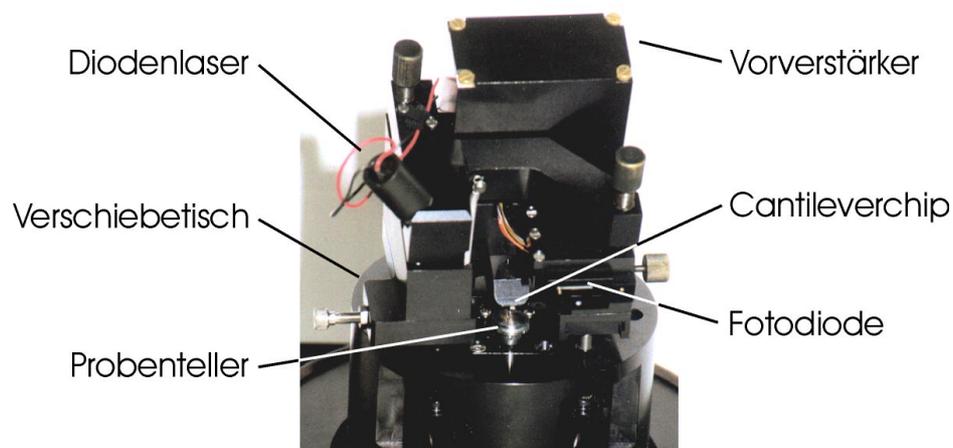


Abbildung 3.1: *Foto der Messeinheit*

3.1.1.1 Schwingungsgedämpfter Tisch

Die eigentliche Messeinheit, also Basis und Messkopf, befindet sich zur Dämpfung der Übertragung von Gebäudeschwingungen auf einem schwingungsisolierenden Tisch. Dieser besteht aus vier Schwingungsisolatorfüßen, die vertikal über eine niveauregulierende Luftfederung mit einer Eigenfrequenz von 1,4 Hz und horizontal über eine pendelnde Aufhängung mit einer Eigenfrequenz von 5,5 Hz verfügen [33]. Darauf gelagerte Stahl- und Granitplatten mit einer Gesamtmasse von 170 kg sorgen für hinreichende Unempfindlichkeit gegen kurzzeitige mechanische Störungen.

3.1.1.2 Basis

Die Messbasis steht auf einem Stapel von Aluminium- und Viton-O-Ringen, welcher für eine zusätzliche Schwingungsentkopplung sorgt.

In der Messbasis ist der Piezoscanner (siehe Abschnitt 3.1.2) zur Bewegung der Probe befestigt, an dessen oberen Ende sich die Öffnung zur Aufnahme des Proben Tellers befindet. Die Probe selbst wird mit Klebepads oder Nagellack auf dem Proben teller fixiert, welcher mit dem Piezoscanner verschraubt wird.

Auf der Oberseite der Basis befinden sich drei Mikrometerschrauben, auf denen der Messkopf gelagert ist. Mit ihnen kann der Messkopf – und der mit ihm verbundene Cantilever – angehoben und abgesenkt und somit der Abstand zwischen Messspitze und Probenoberfläche verändert werden. Zwei dieser Schrauben dienen zur manuellen Grobannäherung der Cantileverspitze an die Probe, die dritte wird über ein Untersetzungsgetriebe von einem Schrittmotor angetrieben. Sie ermöglicht eine automatische Annäherung sowie eine Variation der Auflagekraft der Probenspitze ohne manuellen Eingriff.

Von der Basis werden über ein 25adriges Kabel die Steuer- und Messsignale zu der jeweiligen Messelektronik übertragen. Hierbei ist wichtig, dass das Kabel flexibel genug ist, um möglichst wenig Schwingungen von der Messelektronik (z.B. durch den Lüfter) zur Basis zu leiten.

3.1.1.3 Messkopf

Der Messkopf beinhaltet die Halterung für den Cantileverchip und die komplette Lichtzeigerdetektion (siehe Abschnitt 3.1.4) jeweils mit Justiervorrichtung. An seiner Unterseite befindet sich ein Verschiebeschlitten mit Mikrometerschrauben, der eine manuelle horizontale Verschiebung der Messspitze über der Probenoberfläche in zwei Dimensionen erlaubt.

Der Messkopf enthält eine erste Vorverstärkerelektronik, die die elektrischen Signale von der Lichtzeigerdetektionseinheit mit 1-facher, 10-facher und 25-facher Verstärkung für die nachfolgende Messelektronik aufbereitet.

3.1.1.4 Abdeckhaube

Während des eigentlichen Messvorgangs wird der Messkopf durch eine massive Abdeckhaube bedeckt. Diese verhindert nicht nur, dass akustische Störungen einkoppeln können, sondern hält auch störende Lichteinstrahlung ab, welche ansonsten zu einem geringe-

ren Signal-Rausch-Verhältnis bei der Lichtzeigerdetektion (siehe Abschnitt 3.1.4) führen würde.

In Verbindung mit der Abdeckhaube besteht auch die Möglichkeit, die entstandene Messkammer mit einem Schutzgas zu füllen, um beispielsweise stark oxidierende Proben über einen längeren Zeitraum beobachten zu können.

3.1.1.5 Sonstiges

Zum Justieren des Laserstrahls der Lichtzeigermessvorrichtung auf der Cantileverrückseite (siehe Abschnitt 3.1.4) steht ein monokulares Lichtmikroskop mit flexibel ausrichtbarem Stativ zur Verfügung. Dieses wird auch zur Beobachtung der ersten groben Annäherung des Cantilevers an die Probenoberfläche verwendet. Der Cantilever und die Probe werden hierfür durch das gebündelte Licht einer Kaltlichtquelle über Lichtleitfasern in einem Schwanenhals beleuchtet, so dass mit Hilfe des klaren Schattens des Cantilevers auf der Probe der Abstand gut abgeschätzt werden kann.

3.1.2 Röhrenscanner

Der Scanner sorgt für die horizontale Verschiebung der Probe relativ zur Messspitze und ermöglicht das Einstellen des Spitze-Probe-Abstands. Bei den eingesetzten Messeinheiten ist er unterhalb der Probe mit dem Probenhalter auf der einen Seite und mit der Basis auf der anderen Seite verbunden. Neben xyz-Scannerkombinationen, bei denen drei getrennte Piezoelemente für Bewegungen in je einer der drei Raumdimensionen existieren, werden vor allem die Röhrenscanner [34] in der Rastersondenmikroskopie bevorzugt eingesetzt. Diese bestehen aus einem einzigen Piezoelement, mit dem Verschiebungen in allen drei Raumrichtungen vorgenommen werden können. Röhrenscanner ermöglichen eine Stellgenauigkeit unterhalb eines Ångströms und zeigen ein schnelles Reaktionsverhalten.

Röhrenscanner werden als dünne Hohlzylinder aus Bleizirkoniumtitanat (PZT), einer Piezokeramik, gefertigt. Ein solches Röhrchen mit einer typischen Länge zwischen 0,5 und 3 Zoll ist auf der Aussenseite mit vier Elektroden parallel zur Scannerachse und auf der Innenseite mit einer durchgängigen Elektrode versehen (Abbildung 3.2). Durch Anlegen einer Spannung an gegenüberliegende Aussenelektroden verbiegt sich das Röhrchen aufgrund des reziproken piezoelektrischen Effekts in die jeweilige Richtung. Die Gesamtlänge des Scanners bleibt dabei nahezu konstant. Wird zwischen dem Innenkontakt und den vier Aussenkontakten eine Spannung angelegt, führt dies zu einer Ausdehnung in Längsrichtung, hier als z-Richtung bezeichnet. Durch das Anlegen von Kombinationen

geeigneter Spannungen kann also das Ende des Scanners – und damit der Probenhalter – frei bewegt werden.

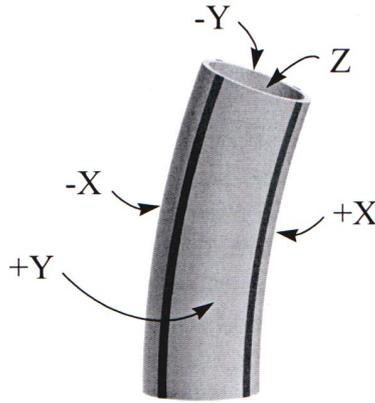


Abbildung 3.2: Piezoelektrischer Röhrenscanner (aus [12])

Die Auslenkung in x- und y-Richtung bei einer angelegten Spannung $U_{x,y}$ ist durch

$$\Delta x, y = \frac{2\sqrt{2}dL^2}{\pi Dh} U_{x,y} = \varepsilon_{x,y} U_{x,y} \quad (3.1)$$

gegeben [35]. Hierbei steht d für die piezoelektrische Konstante, L für die Länge, D für den Innendurchmesser und h für die Wanddicke des Scanners.

Die Ausdehnung des Scannerröhrchens in z-Richtung folgt der Funktion

$$\Delta z = \frac{dL^2}{h} U_z = \varepsilon_z U_z \quad (3.2)$$

Die verschiedenen Vorfaktoren werden jeweils zu den Scannerempfindlichkeiten $\varepsilon_{x,y,z}$ zusammengefasst. Diese stellen die Eichgrößen des jeweils eingesetzten Scanners dar und können durch Messungen an geeignet geeichten Testproben ermittelt werden. Sie werden im Allgemeinen in Ångström/Volt angegeben.

Piezoelektrische Röhrenscanner haben allerdings auch einige Nachteile, welche deutlichen Einfluss auf die Messergebnisse haben können [14]:

Intrinsische Nichtlinearität In den Funktionen 3.1 und 3.2 wird die Scannerempfindlichkeit als eine Konstante angenommen. Bei realen Scannern kommt es allerdings

zu Abweichungen von 2% bis 25% von dem linearen Zusammenhang zwischen angelegter Spannung und Piezoausdehnung. Bei Messungen mit großer Scannerauslenkung kann dies zu erkennbaren Verzerrungen auf dem Messbild führen.

Hysterese Piezoelektrische Keramiken zeigen ein Hystereseverhalten. Das heisst, bei steigender und fallender angelegter Spannung werden unterschiedliche Wege im Spannungs-Ausdehnungs-Diagramm genommen. Dies kann in Messbildern zur Folge haben, dass Bereiche auf der Probenoberfläche, die eine identische Höhe besitzen und durch einen Graben oder Hügel getrennt sind, unterschiedlich hoch erscheinen.

Creep Piezoscanner nähern sich nach einer Änderung der angelegten Spannung in sehr kurzer Zeit (innerhalb von weniger als einer Millisekunde) in einem ersten Schritt nahe an die endgültige Position an. Die weitere Ausdehnung bis zum Erreichen der Endposition erfolgt dann allerdings wesentlich langsamer. Dieses kriechende Annähern wird als "Creep" bezeichnet und kann sich in Verzerrungen auf Messbildern auswirken. Insbesondere nach größeren Bewegungen des Scanners sollte eine gewisse Zeit bis zum Beginn einer Messung verstreichen, damit der Einfluss des Creeps minimiert wird.

Alterung Die Empfindlichkeit von Piezoscannern lässt stark nach, wenn diese mehrere Monate nicht genutzt werden. Dies wird durch die Depolarisierung der Kristalle verursacht. Durch regelmäßiges Anlegen einer Spannung entlang der Polarisationsrichtung, wie dies im normalen Betrieb der Fall ist, kann die Depolarisierung vermieden werden. Ein gealterter Scanner kann weiterhin für Messungen verwendet werden, muss allerdings neu geeicht werden.

Übersprechen In realen Röhrenscannern sind die Funktionen 3.1 und 3.2 nicht uneingeschränkt gültig. Aufgrund von Nichthomogenitäten des elektrischen Felds innerhalb des Scanners und vorallem der Geometrie kommt es zu einem Übersprechen der x- und y-Stellbewegungen auf die z-Achse. Da die x- und y-Bewegungen durch ein Ausdehnen der Scannerwand auf der einen Seite und ein Schrumpfen auf der gegenüberliegenden Seite geschehen, bewegt sich das freie Ende des Scanners hierbei nicht auf einer Fläche, die orthogonal zur z-Achse des Scanners in der Ausgangsposition liegt, sondern entlang eines Bogens. Diese Abweichung spielt bei großen Auslenkungen relativ zur Länge des Scanners eine Rolle.

Moderne Rastersondenmikroskope verfügen über detaillierte Datensätze der einzelnen Scannereigenschaften, mit deren Hilfe die vorab beschriebenen Effekte unmittelbar während der Messung durch geeignete Scanneransteuerung ausgeglichen werden können. Die im Rahmen dieser Diplomarbeit eingesetzten Messsysteme besaßen diese Fähigkeit nicht. Somit enthalten die aufgezeichneten Bilder systematische Fehler, die teilweise durch nachträgliche Bildbearbeitung, z.B. mit der Auswertesoftware SXMEdit (siehe Kapitel

4), korrigiert werden können. Es existieren auch bereits erste Untersuchungen, Messbilder nachträglich mit Hilfe von neuronalen Netzen, die mit Abbildungen regelmäßiger Gitterstrukturen trainiert wurden, automatisch zu korrigieren [36].

3.1.3 Cantilever

Das zentrale Element eines Rasterkraftmikroskops ist der Cantilever und seine Messspitze (Tip). Form und Material der Spitze sowie Größe der Federkonstanten haben maßgeblichen Einfluss auf den Abbildungsprozess.

Materialien für Cantilever sind Silizium und das härtere Siliziumnitrid. Die Cantilever werden auf Silizium-Wafern durch ein fotolithografisches Verfahren hergestellt [37]. Dazu wird zunächst die den Silizium-Wafer überziehende Oxidschicht mit einem Loch versehen. In einem folgenden Ätzprozess, der die Oxidschicht nicht angreift, entsteht infolge des anisotropen Ätzvorgangs entlang der Kristallebenen des Substrats ein pyramidaler Negativabdruck der Spitze des Cantilevers. Anschließend wird auf den zuvor belichteten Umriss des herzustellenden Cantilevers eine Si_3N_4 -Schicht aufgebracht. In einem folgenden Ätzprozess werden das Siliziumsubstrat und die SiO_2 -Schicht entfernt, der verbleibende Si_3N_4 -Körper bildet den Cantilever. Typische Siliziumnitrid-Spitzen haben einen Öffnungswinkel von 70° . Neben der genannten pyramidalen Spitzegeometrie sind auch konische Profile verbreitet. Mit Hilfe eines weiteren Ätzprozesses können pyramidale Spitzen gezielt geschärft ("sharpened") werden.

Gängige Cantilever haben ein balkenförmiges oder V-förmiges Profil (Abbildung 3.3) [38]. Balkenförmige Cantilever haben eine definierte Torsionsfederkonstante und eignen sich daher gut für kombinierte Normal- und Lateralkraftmikroskopie. V-förmige Cantilever bieten eine gute Stabilität und sind unempfindlich gegen laterale Torsion, was einerseits eine genaue Messung von Normalkräften ermöglicht und andererseits die Lateralkraftmikroskopie deutlich erschwert. Ein oder mehrere Cantilever befinden sich an einem Trägerchip aus Glas. Dieser Chip ist mit einer Klemmvorrichtung am Messkopf befestigt und kann bei Bedarf gewechselt werden.

In dieser Diplomarbeit wurden Cantilever der Marken Park Scientific Instruments (Tabelle 3.1) und NT-MDT (Tabelle 3.2) eingesetzt.

Typ	Form	Länge [μm]	Breite [μm]	Dicke [μm]	Federkonstante [N/m]			Resonanzfrequenz [kHz]		
					min.	typ.	max.	min.	typ.	max.
A	V	180	18	0.6	0.03	0.05	0.08	18	22	26
B	Balken	200	20	0.6	0.01	0.02	0.03	12	15	18
C	V	320	22	0.6	0.006	0.01	0.015	6	7	8
D	V	220	22	0.6	0.02	0.03	0.05	12	15	18
E	V	140	18	0.6	0.06	0.10	0.15	32	38	44
F	V	85	18	0.6	0.30	0.50	0.80	100	120	140

Tabelle 3.1: Cantileverdaten "Microlever" von Park Scientific Instruments [39]

Typ	Form	Länge [μm]	Breite [μm]	Dicke [μm]	Federkonstante [N/m]			Resonanzfrequenz [kHz]		
					min.	typ.	max.	min.	typ.	max.
CSCS11/Si4N4 A	V	200	40	1.0	0.25	0.35	0.50	16	20	24
CSCS11/Si4N4 B	V	90	60	1.0	4.5	6.0	8.0	140	180	220
CSCS11/TiO A	V	200	40	0.9	0.15	0.25	0.35	12	16	20
CSCS11/TiO B	V	90	60	0.9	4.5	6.0	8.0	100	140	180
NSCS11/Si4N4 A	V	200	40	2.0	2.5	3.0	3.5	32	40	48
NSCS11/Si4N4 B	V	90	60	2.0	41	48	55	300	360	420
NSCS12/Si4N4 A	Balken	110	35	2.0	5	6	7	140	180	220
NSCS12/Si4N4 B	Balken	90	35	2.0	12	14	16	260	320	380
NSCS12/Si4N4 C	Balken	130	35	2.0	4.0	4.5	5.5	120	150	180
NSCS12/Si4N4 D	Balken	300	35	2.0	0.30	0.35	0.45	25	30	35
NSCS12/Si4N4 E	Balken	350	35	2.0	0.20	0.25	0.30	16	20	24
NSCS12/Si4N4 F	Balken	250	35	2.0	0.55	0.65	0.75	32	40	48

Tabelle 3.2: Cantileverdaten NT-MDT [40]

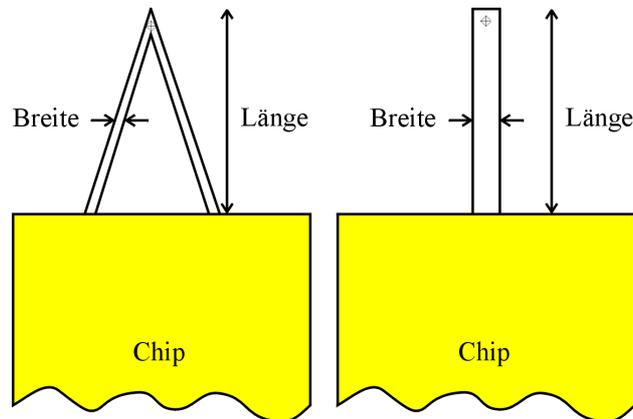


Abbildung 3.3: V- und balkenförmiger Cantilever

3.1.4 Lichtzeigerprinzip zur Detektion der Cantileverablenkung

Die Verbiegung des Cantilevers wird mit Hilfe des Lichtzeigerprinzips ermittelt. Dazu ist die Rückseite des Cantilevers mit einer reflektierenden Schicht versehen. Auf diese wird der Strahl eines Diodenlaser-Moduls mit justierbarer Optik fokussiert. Im Rahmen dieser Diplomarbeit fand ein Laser mit 1 mW Strahlungsleistung (Class 1), einer Wellenlänge von 635 nm und einem Strahldurchmesser von ca. 30-40 μm Anwendung. Der Strahl wird von der Cantileverrückseite in eine Viersegment-Fotodiode reflektiert. Da Normal- und Lateralkräfte zu zueinander senkrechten Ablenkungen führen, können diese – bei geeigneter Justierung der Fotodiode – getrennt detektiert werden (Abbildung 3.4).

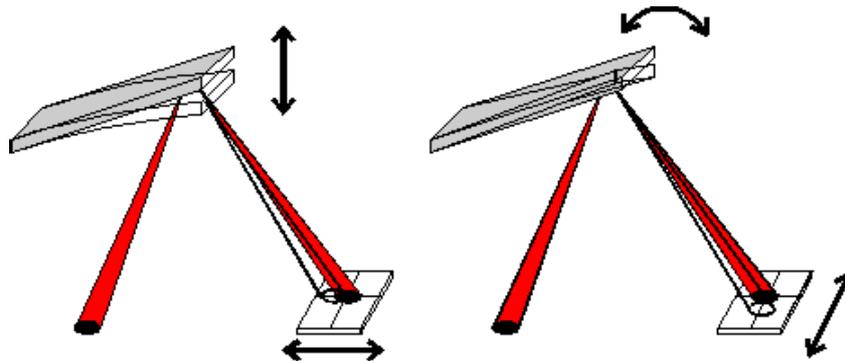


Abbildung 3.4: Detektion der Cantilever-Verbiegung nach dem Lichtzeigerprinzip [5]

Sei I_x die einfallende Intensität im Segment x (mit $x \in A, B, C, D$), so kann die durch Normalkräfte verursachte Ablenkung über

$$\Delta x_{Normal} \propto (I_A + I_C) - (I_B + I_D) \quad (3.3)$$

und die durch Lateralkräfte verursachte Ablenkung über

$$\Delta x_{Lateral} \propto (I_A + I_B) - (I_C + I_D) \quad (3.4)$$

ermittelt werden (Abbildung 3.5). Durch eine Normierung auf die Gesamtintensität des Laserlichts, das auf die Fotodiode trifft,

$$I_{ges} = I_A + I_B + I_C + I_D \quad (3.5)$$

wird eine Unabhängigkeit der Werte der relativen Ablenkungen von der Leistung des Lasers erreicht. Dazu sind die einfallenden Intensitäten I_x bzw. die resultierenden Ablenkungen Δx durch I_{ges} zu dividieren. Bei den im Rahmen dieser Diplomarbeit eingesetzten Systemen wurde diese Normierung nicht vorgenommen.

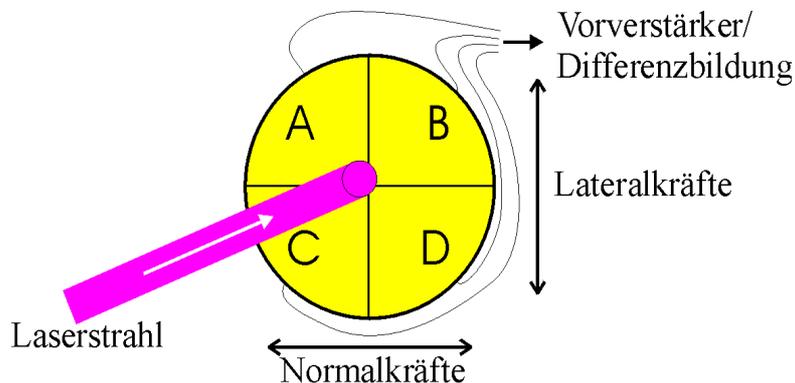


Abbildung 3.5: Viersegment-Fotodiode

3.2 Besonderheiten des Park-Universal-Systems

3.2.1 Steuer- und Kontrolleinheit

Die Steuer- und Kontrolleinheit (Central Control Unit, CCU) beinhaltet die Ansteuerung des Piezoscanners und des Schrittmotors. Dazu ist sie mit der Messbasis über ein 25adriges Kabel verbunden.[41]

An der CCU befinden sich Potentiometer zur Einstellung von Position und Größe des Scanfeldes auf der Probenoberfläche. Das Scanfeld kann in 15°-Schritten in einem Bereich von 180° gedreht werden. Darüberhinaus kann eine Verkippung der Probe in x-

oder y-Richtung durch die einstellbare analoge Tiltkorrektur ausgeglichen werden. Die CCU erzeugt anhand dieser Parameter sägezahnartige Rampen zur Ansteuerung des Röhrenscanners. Ein Eingriff in die Scanneransteuerung in x- und y-Richtung ist nicht möglich.

Die Schrittmotorsteuerung ermöglicht eine manuelle oder – in Verbindung mit dem Messrechner – eine automatische Probenannäherung. Der Schrittmotor in der Messbasis kann in Einzelschritten oder kontinuierlich in beide Richtungen angesteuert werden.

Das integrierte Oszilloskop dient zur Kontrolle des Messsignals. Es ist insbesondere zur Wahl des idealen Verstärkungsfaktors und zur Einstellung der Parameter des Regelkreises und der analogen Tiltkorrektur hilfreich.

3.2.2 AFM-Messmodul

Das AFM-Messmodul SFM-BD2 ist mit der CCU über ein mehradriges Kabel verbunden, enthält neben einem dreistufigen Endverstärker den Regelkreis für eine geregelte Messung und liefert der CCU die Informationen zur Ansteuerung der z-Komponente des Piezoscanners. Am AFM-Modul lassen sich die Regelkreisparameter sowie die gewünschte Auflagekraft einstellen. Es kann zwischen unregelter (siehe Abschnitt 2.3.1.1) und geregelter (siehe Abschnitt 2.3.1.2) Messung sowie den verschiedenen Kanälen des Vorverstärkers im Messkopf ($\cdot 1$, $\cdot 10$, $\cdot 25$) umgeschaltet werden.

Auf der Rückseite des AFM-Moduls kann ein externes Signal, das parallel oder anstelle des Topographiesignals aufgenommen wird, sowie ein Modulationssignal für die z-Komponente des Piezoscanners eingespeist werden. Ein solches Signal ist beispielsweise für die Aufnahme von Kraftmodulationsbildern notwendig.

3.2.3 Messrechner

Als Messrechner kommt eine Workstation HP 9000/345 von Hewlett-Packard zum Einsatz. Diese ist über eine HP-IB-Schnittstelle (IEEE-488-Interface-Bus) an die CCU angekoppelt.

Die von Park Scientific Instruments stammende Messdatenerfassungssoftware SPM13_4 läuft unter dem Betriebssystem HP-BASIC 6.3. Sie übernimmt die Ansteuerung der CCU sowie das Darstellen und Speichern der Messdaten. In ihr können Einstellungen wie Scannerkalibrierung, Signalquelle (Topographie oder externes Signal), Scanfrequenz (Anzahl der gescannten Zeilen pro Sekunde), Auflösung des Messbilds, gewünschte Höhenskalierung und Potenz der automatischen Tilt-Korrektur vorgenommen werden. Verschie-

bungen des Scanfelds bzw. Änderung seiner Größe können über eine spezielle Anzeige überwacht werden.

Als mögliche Auflösungen stehen $64 \cdot 64$, $128 \cdot 128$, $256 \cdot 256$ und $512 \cdot 512$ Pixel für das Messbild zur Auswahl. Bei der Auflösung $128 \cdot 128$ kann simultan zu dem Topographiebild ein zusätzliches zweites Bild von einer externen Signalquelle aufgenommen werden. Dies kann beispielsweise genutzt werden, um gleichzeitig zum Topographiebild ein Lateralkraftbild oder ein Kraftmodulationsbild aufzuzeichnen. Darüber hinaus kann die Messsoftware direkt den Röhrenscanner in z-Richtung ansteuern. Damit sind eine automatische Probenannäherung und die Messung von Kraft-Abstands-Spektren möglich.

Zusätzlich zu der Messsoftware ist die Bildauswertesoftware IP7_4 installiert. Diese ermöglicht neben verschiedenen zwei- und drei-dimensionalen Datendarstellungsarten auch statistische Auswertungen, verschiedene Bildkorrekturen, eine Fouriertransformation und die Darstellung von Höhenquerschnitten. Da diese Software allerdings Defizite beim Daten- und Bild-Export besitzt – beispielsweise ist kein Grafikexport von dreidimensionalen Ansichten möglich – und ausserdem nicht für weitergehende Anforderungen erweiterbar ist, wurde ausschließlich die im Rahmen dieser Diplomarbeit entwickelte Auswertesoftware SXMEdit (siehe Kapitel 4) eingesetzt.

Zum Austausch von Daten mit anderen Rechnern kann der Messrechner alternativ zu dem Betrieb unter HP-BASIC auch unter dem Betriebssystem HP-UX 9.10 gestartet werden. Mit Hilfe der installierten Netzwerk-Software “Samba” und eines Netzwerkanchlusses ist dann ein einfacher Zugriff auf die Dateien über das Windows-Netzwerk möglich. Ferner können die Messdaten auch auf externe magnetooptische Datenträger kopiert werden.

3.3 Besonderheiten des Eigenbau-Messsystems

3.3.1 Messelektronik

Für die Experimente im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden Messungen mit dem Park-Universal-Messsystem und mit einem am Lehrstuhl entwickelten Eigenbau-Rasterkraftmikroskop durchgeführt. Dieses ist insofern kompatibel zu den Park-Systemen entworfen, als dass dieselben Messeinheiten ohne jegliche Anpassung angeschlossen werden können. Ansteuerungsseitig und bei der Erfassung der Messwerte unterscheidet sich das Eigenbausystem jedoch erheblich vom Park-System. Der Aufbau ist im Blockschaltbild (Abbildung 3.6) ersichtlich.

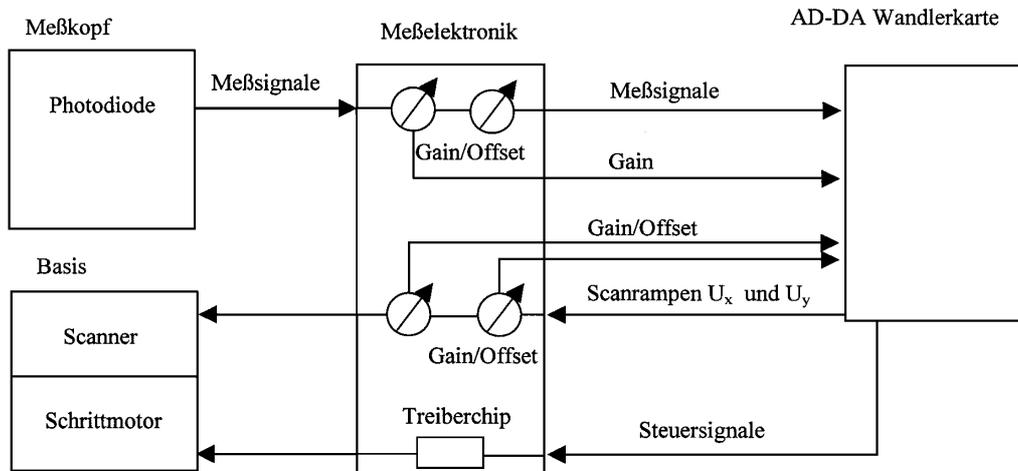


Abbildung 3.6: Funktionsprinzip der Messelektronik beim Eigenbausystem als Blockschaltbild (aus [42])

Die Messelektronik hat beim Eigenbausystem primär die Aufgabe, die vom Messkopf kommenden Signale für den Messrechner zu verstärken und aufzubereiten sowie die Ansteuerung des Scanners vorzunehmen. Dabei werden an der Messelektronik ein analoger Verstärkungsfaktor für die Größe und ein Gleichspannungsoffset für die Lage des Scanfelds eingestellt. Die eigentlichen Rampen zum Abscannen des Bildes werden vom Messrechner generiert und analog aufaddiert. In der Messelektronik ist ferner eine Treiberstufe zur Ansteuerung des Schrittmotors in der Messbasis enthalten.

In die eigentliche Messelektronik ist derzeit noch kein Regelkreis implementiert. Es steht allerdings ein Anschluss zum Einspeisen einer Steuerspannung für die z-Kontakte des Piezoscanners zur Verfügung, so dass sowohl externe Regelkreise angeschlossen als auch mit Hilfe eines Rampengenerators Kraft-Abstands-Kurven aufgenommen werden können.

3.3.2 Messrechner und Wandlerkarte

Als Messrechner kommt ein handelsübliches PC-System unter MS-DOS oder MS-Windows 95/98 zum Einsatz. Es ist mit einer CIO-DAS-1600 AD-DA-Wandlerkarte, die neben Analog-Digital-Wandlern mehrere Digital-Analog-Wandler und Digitalein- und -ausgänge besitzt, ausgestattet. Diese ist über vielpolige Signalkabel mit der Messelektronik verbunden. Über die Analogeingänge können gleichzeitig zwei unabhängige Messsignale aufgezeichnet werden. Weitere Analogeingänge werden zur Erfassung von Potentiome-

tereinstellungen am Messelektronikmodul eingesetzt. Damit ist eine Kalibrierung der Scanfeldgröße möglich. Die Digitaleingänge erfassen Schalterstellungen am Messelektronikmodul. Über die Analogausgänge werden Signale zur Bewegung des Piezoscanners in x- und y-Richtung ausgegeben. Mit den Signalen von den Digitalausgängen wird der Schrittmotor in der Messbasis angesteuert.

Die eingesetzte Messsoftware wurde im Rahmen einer Diplomarbeit von Herrn Thomas Fiedler entwickelt [42]. Sie zeichnet sich durch hohe Flexibilität – insbesondere im Vergleich zur Messsoftware des Park-Systems – aus.

Als Auflösung der Messbilder können unabhängig für die horizontale und vertikale Richtung jeweils eine Seitenlänge von 64, 128, 256 oder 512 Pixeln gewählt werden. Bei jeder dieser Auflösungen ist es möglich, sowohl bei Hin- und Rücklauf der schnellen Scanrichtung ein Messbild aufzunehmen. Hierbei können bis zu vier Messkanäle gleichzeitig erfasst werden. Üblicherweise sind der erste Kanal mit dem Normalkraftsignal (NFM) und der zweite Kanal mit dem Lateralkraftsignal (LFM) belegt.

Da unregelmäßig gemessen wird, kann unter der Annahme, dass das von der Fotodiode kommende Differenzsignal proportional zur Cantileververbiegung ist, eine grobe Höheneichung vorgenommen werden. Dies geschieht durch Anlegen verschiedener Spannungen an die z-Komponente des Scannerröhrchens, während sich die Messspitze in Probenkontakt befindet. Bei bekannter Piezokonstante in z-Richtung kann so ein Proportionalitätsfaktor bestimmt werden.

Da – im Gegensatz zum Park-System – beim Eigenbausystem der Messrechner direkten Zugriff auf die Steuerung der Scanbewegung hat, eignet sich dieses besonders für Strukturierungsexperimente. Spezielle Strukturierungsroutinen ermöglichen ein gezieltes, sequentielles Anfahren bestimmter x-y-Koordinaten. Dabei sind die Geschwindigkeit und die Wiederholungsanzahl frei wählbar. Zusätzlich kann eine externe Anregung der z-Komponente des Piezoscanners ein- und ausgeschaltet werden. Diese Funktionen wurden bei den Experimenten in Kapitel 6 eingesetzt. Die Definition der Strukturen geschieht über ein getrenntes Programm, das unter Microsoft Windows läuft.

3.3.3 Sonstiges

Auf zwei Oszilloskopen können während der Messung die NFM- und LFM-Signale überwacht werden. Hierbei werden die Signale jeweils über der x- bzw. y-Auslenkung des Scannerröhrchens aufgetragen. Während der Strukturierung können über ein drittes Oszilloskop die Stellbewegungen des Piezoscanners überwacht werden.

Bei einigen Messungen wurde eine externe Hardware-Tiltkorrektur eingesetzt. Diese wird in das Verbindungskabel zwischen Messelektronik und Basis eingeschleift und steuert

den z-Hub des Scannerröhrchens in Abhängigkeit von der x- und y-Position an. Die Proportionalitätsfaktoren sind für beide Richtungen getrennt einstellbar.

Für die Kraftmodulationsmikroskopie stand ein digitaler Lock-In-Verstärker des Typs Jupiter CA9600 zur Verfügung. Dessen Ausgangssignal X-Y wurde anstelle des LFM-Signals in die Messelektronik eingespeist. Die Anregung der z-Komponente des Piezoscanners wurde hierbei durch ein Sinussignal aus einem Funktionsgenerator Hewlett-Packard 33120A vorgenommen.

3.4 Testmessungen und Eichungen

Die ersten Testmessungen wurden mit dem Park-Universal-Rasterkraftmikroskop durchgeführt.

In Abbildung 3.7 ist ein Goldtestgitter von Park Scientific Instruments zu sehen. Die einzelnen Goldcluster sind in einer Matrix mit einer Zellengröße von $1\ \mu\text{m} \cdot 1\ \mu\text{m}$ angeordnet. Hiermit ist eine einfache Eichung des Scanners in x- und y-Richtung möglich. Die Höhe der einzelnen Goldcluster ist nicht definiert, so dass für eine Eichung der z-Komponente eine andere Probe herangezogen werden muss. Das Bild wurde mit einem dünnwandigen 2-Zoll-Scanner und einem Park Microlever Typ C mit einer Scanfrequenz von 1 Hz ungerregelt aufgenommen. Der Scanner war hierbei in horizontaler Richtung noch nicht exakt geeicht. Neben der eigentlichen Abbildung befindet sich ein Graubalken, der die Zuordnung der Bildhelligkeit zur Höheninformation verdeutlicht.

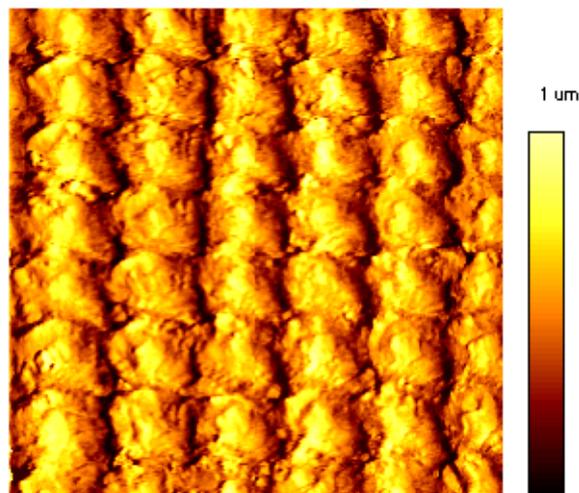


Abbildung 3.7: *AFM-Aufnahme des Goldtestgitters (Scanfeldgröße $7\ \mu\text{m} \cdot 7\ \mu\text{m}$)*

Weitere Testmessungen wurden an der Oberfläche eines Mikrochips durchgeführt. Da auf diesem sehr großflächige Strukturen vorhanden sind, wurde ein 2-Zoll-Scanner mit geringer Wanddicke gewählt. Damit konnte eine Fläche von bis zu $200\ \mu\text{m} \cdot 200\ \mu\text{m}$ abgescannt werden. Die Messung wurde geregelt durchgeführt. Der verwendete 2-Zoll-Scanner stellt für den Regelkreis eine große kapazitive Last dar, so dass dieser zum Schwingen neigt. Dies kann vermieden werden, indem mit einer sehr geringen Scanfrequenz (hier $0,5\ \text{Hz}$) gemessen wird. Die geringe Scanfrequenz erlaubt es, eine große Regelzeitkonstante zu wählen, ohne dass Bildinformationen durch zu langsames Regeln verloren gehen. Zur Kontrolle kann das direkte Differenzsignal von der Fotodiode auf das Oszilloskop gebracht werden. Im Idealfall dürfen keine Abweichungen von der Nullposition zu sehen sein.

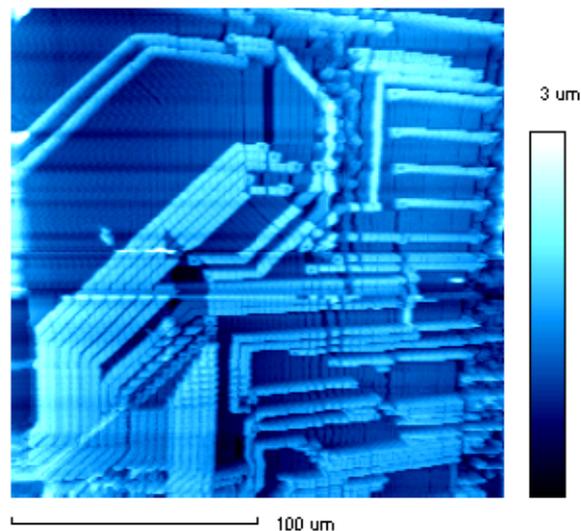


Abbildung 3.8: *AFM-Aufnahme eines Mikrochips (Scanfeldgröße $200\ \mu\text{m} \cdot 200\ \mu\text{m}$)*

Abbildung 3.8 zeigt mehrere sich überlagernde Leiterbahnschichten auf dem Mikrochip. Die Messung wurde mit einem Park Microlever Typ D durchgeführt.

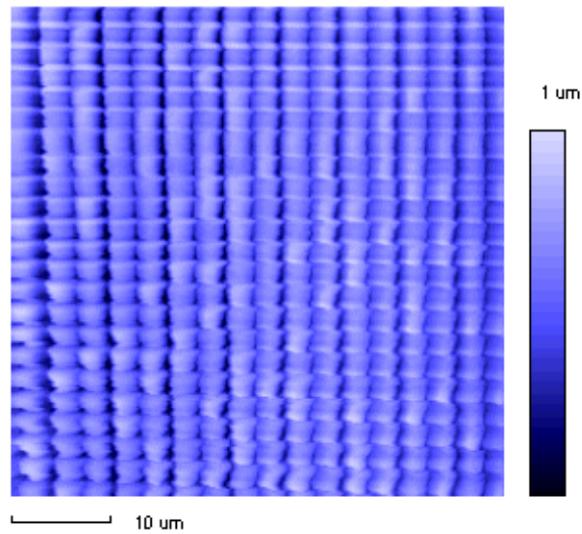


Abbildung 3.9: *AFM-Aufnahme eines Mikrochips (Scanfeldgröße $50\ \mu\text{m} \cdot 50\ \mu\text{m}$)*

In Abbildung 3.9 ist ein anderer Ausschnitt desselben Mikrochips in höherer Vergrößerung zu sehen. Die regelmässigen Strukturen legen nahe, dass es sich hierbei um ein Feld von Speicherzellen handelt. Derartige Strukturen können nach einmaliger Messung mit einem geeichten Scanner selbst wieder gut als Eichprobe dienen, da sie sich durch sehr scharfe Kanten und eine definierte Strukturgröße mit geringen Abweichungen auszeichnen. Auch bei dieser Messung kam ein Park Microlever Typ D bei einer Scanfrequenz von 0,6 Hz zum Einsatz.

4 Entwicklung der Auswertesoftware SXMEdit

4.1 Motivation, Grundideen und Konzepte

Im Rahmen einer früheren Diplomarbeit [42] wurde eine Messsoftware für das Eigenbau-rasterkraftmikroskop entwickelt. Da diese Software ein neuentworfenes Dateiformat zum Abspeichern der Messdaten verwendet, existierte bisher keine Möglichkeit zur Weiterbearbeitung der Daten. Diese Lücke soll die Auswertesoftware SXMEdit schließen. Der Einsatz von SXMEdit ist dabei vollständig unabhängig von einer installierten Messsoftware und vom Messsystem. Die Auswertung kann somit auf eigenständigen PCs erfolgen.

Das Funktionsangebot von SXMEdit umfasst Darstellung von Messdaten, Vermessung und numerische Auswertung, Filterfunktionen, Datenexport in verschiedenen Formaten, Datenkonvertierung sowie Darstellung der Messbilder in verschiedenen Ansichten für Präsentationen.

Neben Messdaten des Eigenbau-Systems kann SXMEdit auch Dateien von Universal- und Autoprobe-CP-Rastersondenmikroskopen der Firma Park Scientific verarbeiten.

SXMEdit läuft unter den Betriebssystemen Microsoft Windows 95/98 und Windows NT. Es benötigt mindestens 16 MB RAM. Die Grafikkarte sollte bei einer Auflösung von mindestens $800 \cdot 600$ Punkten eine Farbtiefe von 16 bit darstellen können. Bei geringerer Auflösung oder Farbtiefe ist ein Programmstart zwar möglich, jedoch ist die Darstellung nur ungenügend, da nicht alle Bildelemente in voller Größe bzw. vollem Farbumfang angezeigt werden können. Sollen viele Messdaten gleichzeitig bearbeitet werden, ist ein Ausbau des Hauptspeichers auf 32 MB oder 64 MB vorteilhaft. Weitere Anforderungen an die verwendete Hardware bestehen nicht.

In kompilierter Form besteht SXMEdit aus den Dateien *sxmedit.exe* und *fft.dll.dll*. Soll SXMEdit auf einem Rechner installiert werden, so müssen diese beiden Dateien in ein

gemeinsames Verzeichnis kopiert werden. Weitere Installationsschritte sind nicht nötig. SXMEdit kann nun direkt durch den Aufruf von *sxmedit.exe* gestartet werden.

Die aufgenommenen Rastersondenmessdaten geben nicht – wie schon im einleitenden Kapitel erläutert – ausschließlich Höhendaten wieder. Bei elektrostatischer Rasterkraftmikroskopie liegen beispielsweise spannungsgeechte Daten vor. SXMEdit passt die angezeigten Größen jeweils den vorliegenden Daten an. Wenn im folgenden von Höhenwerten die Rede ist, so steht dieser Begriff stellvertretend für die jeweils passende Größe.

Bei SXMEdit wurde – soweit möglich – jegliche Form von harten Grenzen vermieden. Dies bedeutet insbesondere, dass z.B. die einzige Beschränkung für gleichzeitig geladene Messbilder ausschließlich der installierte Hauptspeicher ist. Ebenso ist die maximal nutzbare Auflösung des Bildschirms nicht begrenzt. Die meisten Darstellungsmöglichkeiten lassen sich frei skalieren. Somit kann der Einsatz von leistungsfähigerer Hardware in der Zukunft einen weiteren Gewinn an Bedienungskomfort bewirken.

4.2 Bedienungsanleitung

4.2.1 Auswertefunktionen

4.2.1.1 Cross-Section

Häufig wird bei der Auswertung von Rastersondenaufnahmen ein Höhenprofil entlang einer Linie gewünscht. Dieses wird im Allgemeinen als Cross-Section bezeichnet. Mit SXMEdit lassen sich derartige Cross-Sections einfach erzeugen.

Hierzu ist im Auswerte-Menü der Cross-Section-Menüpunkt anzuwählen. Daraufhin erscheint die entsprechende Dialogbox (Abbildung 4.1). Mit Hilfe des Mauszeigers können nun der Anfangs- und der Endpunkt der Cross-Section in der zweidimensionalen Datendarstellung gesetzt werden. Wird während des Markierens die Umschalttaste (“Shift”) auf der Tastatur betätigt, wird eine waagrechte bzw. senkrechte Markierung erzeugt. Mit Hilfe der Steuerungstaste (“Control”) können Markierungen auf die ganze Bildgröße ausgedehnt werden.

Nach Abschluss des Markierungsvorganges erscheint ein Diagrammfenster mit dem gewünschten Höhenprofil. Aufgetragen ist hier bei höhengeeichten Bildern die Höhe über der Distanz vom Startpunkt der Profillinie. Ist das Bild mit einem unnormierten Messverfahren (wie dies z.B. bei der Lateralkraftmikroskopie häufig der Fall ist) aufgenommen worden, wird keine Skalenanzeige auf der Höhenachse vorgenommen. Die Beschriftungen sind über die Dialogbox getrennt abschaltbar. Das erneute Setzen von Markierungen in

der zweidimensionalen Datendarstellung bewirkt die automatische Aktualisierung des Inhalts des Diagrammfensters.

Nach einer groben Annäherung an die gewünschte Cross-Section-Strecke mit Hilfe des Mauszeigers, kann mit den Pfeiltasten diese Strecke auf dem Bild horizontal und vertikal verschoben werden. Wird gleichzeitig die Steuerungstaste (“Control”) betätigt, erfolgt die Verschiebung mit vergrößerter Schrittweite. Das vertikale Verschieben einer Cross-Section über das Messbild ist insbesondere zum Auffinden von optimalen Hysteresedarstellungen (s.u.) nützlich.

Existiert eine Höhenskalierung, so wird entlang der Cross-Section eine eindimensionale Rauheitsanalyse durchgeführt. Die dabei berechneten Rauheitsgrößen R_t , R_a , R_q , R_z (*DIN*) und R_z (*ISO*) werden in der Dialogbox (Abbildung 4.1) angezeigt. Die Bedeutung dieser einzelnen Größen wird in Kapitel 5.2 erläutert. Die Rauheitsgrößen können in die Cross-Section-Anzeige übernommen werden.

Um Entfernungen und Höhen- bzw. Spannungsdifferenzen entlang des Höhenprofils abmessen zu können, lassen sich mit dem Mauszeiger und der rechten und linken Maustaste zwei bewegliche Markierungen in der Cross-Section-Anzeige setzen. Diese Markierungen können in die zweidimensionale Datendarstellung übernommen werden. Die abgemessenen Werte werden in der Dialogbox angezeigt und können wahlweise in die Cross-Section-Anzeige eingeblendet werden. Eine gleichzeitige Einblendung der Rauheitsgrößen ist allerdings nicht möglich. Über die Funktionstaste “Zoom auf Markierung” in der Dialogbox kann das angezeigte Höhenprofil auf die Strecke zwischen den beiden Markierungen eingeschränkt werden. Bei der Abmessung von Strecken und Höhen wird zwischen den eigentlichen Messpunkten entlang der Cross-Section interpoliert. Wird bei der Festlegung einer Markierung gleichzeitig die Steuerungstaste (“Control”) gedrückt, springt die Markierung auf den nächsten echten Messwert.

Werden bei einer Messung sowohl Hin- als auch Rücklauf aufgenommen, ist es häufig wünschenswert, die Hysterese zwischen den Hin- und Rücklauf-Messwerten einer Linie entlang der schnellen Scanrichtung zu visualisieren. Bei Lateralkraftbildern ist das gleichzeitige Betrachten von Hin- und Rücklauf die einzige Möglichkeit um festzustellen, ob Kontraste durch Reibungsphänomene oder durch Topographieeffekte verursacht sind.

Um eine Hysterese anzuzeigen, müssen die Messbilder des Hin- und Rücklaufs geladen sein. Wird nun von einem Bild eine Cross-Section erzeugt, erscheint in dem Abschnitt “Hysteresemodus” der Dialogbox eine Übersicht der weiteren geladenen Bilder. Daraus kann das zugehörige Bild ausgewählt und durch einen Druck auf die Funktionstaste “Ausgewähltes Bild hinzufügen” das entsprechende Profil in die Cross-Section-Anzeige hinzugefügt werden.

Die Funktionstaste “Offset/Gain” in der Cross-Section-Dialogbox dient dazu, die Offset- und Gaineinstellungen (siehe Abschnitt 4.2.2.1) der zweidimensionalen Datendarstellung auf die Werte entlang der Cross-Section zu optimieren. Auf diese Art lässt sich sehr einfach der interessierende Teil eines Bildes markieren und die Darstellung daraufhin abstimmen.

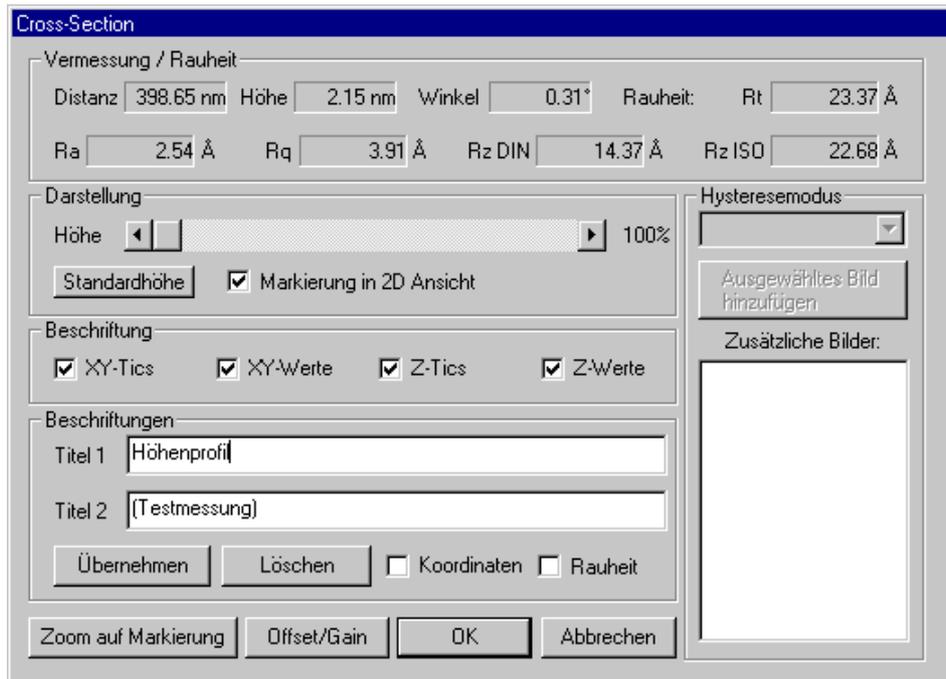


Abbildung 4.1: Dialogbox “Cross-Section”

4.2.1.2 Höhenhistogramm

Mit Hilfe des Höhenhistogramms (Abbildung 4.2) lässt sich die anteilmäßige Verteilung der verschiedenen Höhenklassen einer Messung anzeigen. Dies geschieht in Form eines Balkendiagramms, wobei die Häufigkeit der jeweiligen Höhenklasse über der Höhe aufgetragen ist. Die Höhe bezieht sich dabei jeweils auf den tiefsten Punkt des Messbildes. Über einen Schieberegler in der zugehörigen Dialogbox (Abbildung 4.3) lässt sich die Breite der Höhenklassen variieren. In der Dialogbox werden der Mittelwert, der Median und die häufigste Höhe angezeigt.

Optimale Ergebnisse können nur dann erzielt werden, wenn zuvor eine eventuell bestehende Verkippung der Probe mit Hilfe der Tiltkorrektur (siehe Abschnitt 4.2.2.2) beseitigt wird.

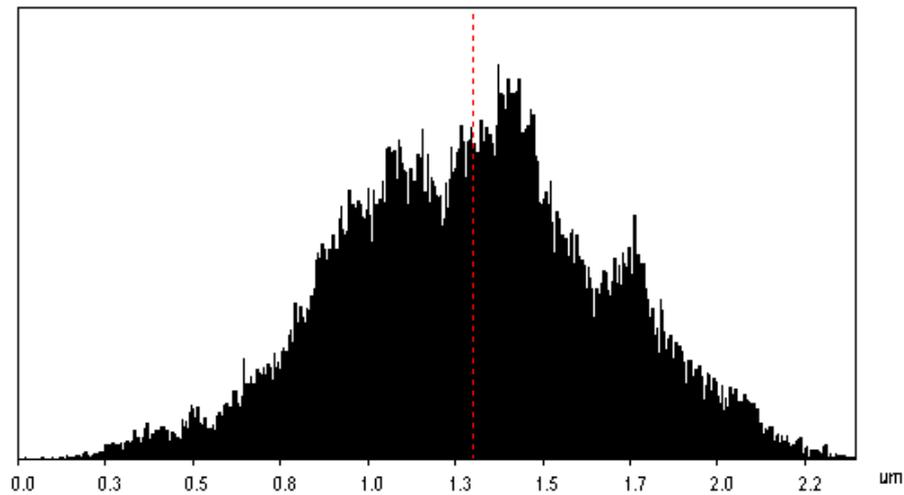


Abbildung 4.2: Ansicht eines Höhenhistogramms

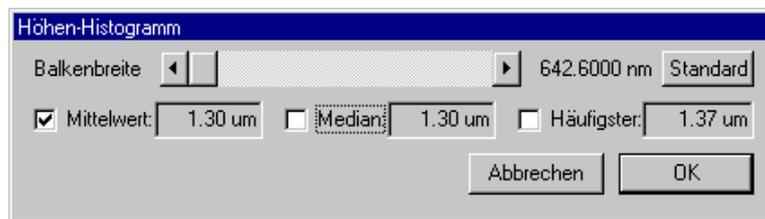


Abbildung 4.3: Dialogbox "Höhenhistogramm"

4.2.1.3 Gemittelte Zeilen- und Spaltenprofile

Die gemittelten Zeilen- und Spaltenprofile sind den Cross-Sections ähnlich. Anstelle des Höhenprofils einer einzelnen Zeile wird bei diesen der Mittelwert über die Höhenwerte aller Zeilen bzw. Spalten angezeigt.

Diese Funktionen sind insbesondere nützlich um herauszufinden, ob und wie stark die Probe bei der Aufnahme der Messwerte verkippt war. Erfolgt daraufhin eine Tiltkorrektur (siehe Abschnitt 4.2.2.2) an den Messdaten, wird die Anzeige der Zeilen- und Spaltenprofile automatisch aktualisiert. Hierdurch lässt sich recht einfach eine optimal tiltkorrigierte Darstellung erzielen.

4.2.1.4 “3D”-Datendarstellung

Zur Verdeutlichung der in den Messbildern enthaltenen Topographie-Information bietet sich eine perspektivische Pseudo-3D-Darstellung (Abbildung 4.4) an. Mit Hilfe der zugehörigen Dialogbox (Abbildung 4.5) kann die Darstellung sehr weitgehend gestaltet werden. So lässt sich beispielsweise die Ansicht um die horizontale und um die vertikale Achse unabhängig zwischen 0° und 90° verkippen. Die Darstellung der Höheninformation kann stufenlos gestreckt bzw. gestaucht werden. Die Messbilder können auf einen in der Höhe einstellbaren Sockel aufgesetzt werden, der sie von den Koordinatenachsen abhebt. Die Beschriftung der Koordinatenachsen kann wahlweise entweder in regelmäßigen Abständen oder nur am Ende der Achsen erfolgen. Jegliche zusätzliche Bildelemente neben dem eigentlichen Messbild lassen sich je nach Bedarf ein- oder ausblenden.

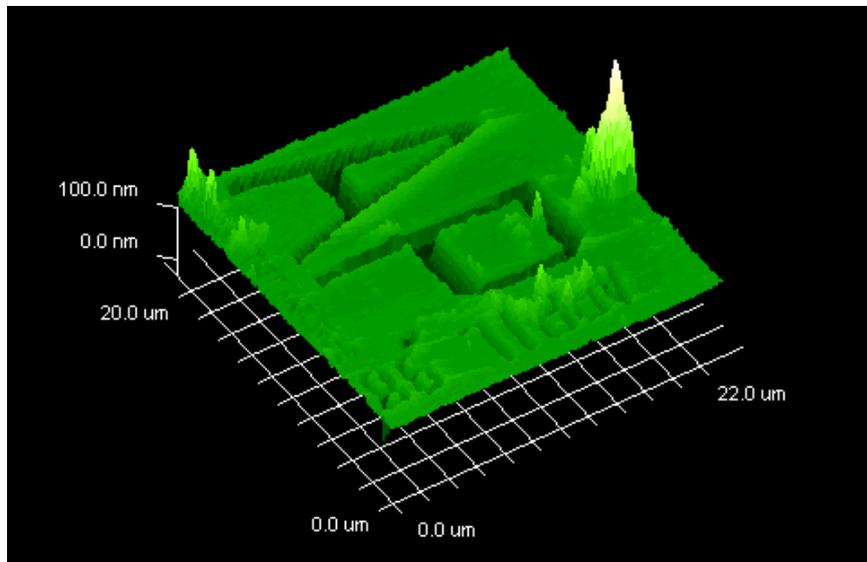


Abbildung 4.4: “3D”-Datendarstellung (Ausschnitt einer Testmessung an einer EBL-Probe)

Die Farbgebung der einzelnen Bildpunkte entspricht der der zweidimensionalen Datendarstellung. Die Farben der sonstigen Bildelemente, wie Grundfläche, Sockel, Beschriftung und Koordinatenlinien, lassen sich frei wählen.

Soll die “3D”-Darstellung in Veröffentlichungen oder auf Dias weiterverwendet werden, so ist eine hohe Abbildungsqualität gefordert, was in diesem Fall einer hohen Auflösung entspricht. Wird in der Dialogbox die Checkbox “Hohe Qualität für Export” markiert, erfolgt die nächste erzwungene Neugenerierung der Ansicht mit einer höheren Auflösung. Diese ist im Einstellungsdialog zwischen $512 \cdot 512$, $768 \cdot 768$, $1024 \cdot 1024$ und $1280 \cdot 1280$ Bildpunkten wählbar. Dadurch entspricht in der Darstellung im Anzeigefenster von SXMEdit ein Bildpunkt nicht mehr einem Datenpunkt. Das Bild erscheint

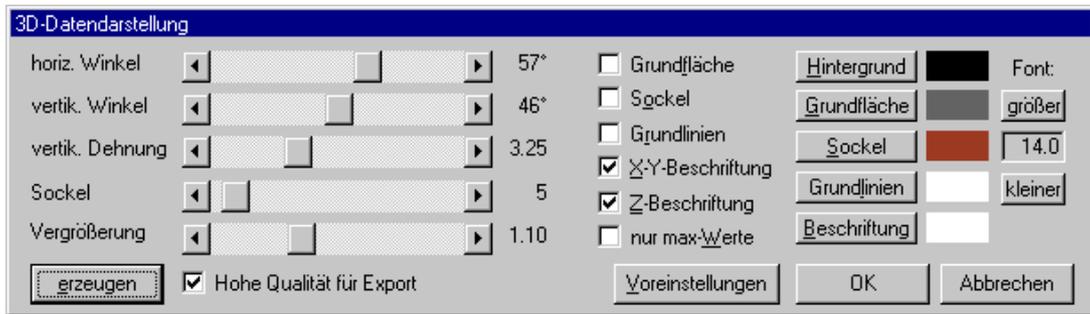


Abbildung 4.5: Dialogbox “3D-Datendarstellung”

auf dem Bildschirm nun leicht unscharf, die gespeicherten bzw. in die Zwischenablage kopierten Bilder haben allerdings die gewünschte hohe Auflösung und Qualität.

4.2.1.5 A-Trace

Die sogenannte “amplitude-trace”-Darstellung (Abbildung 4.6) wird von der Messsoftware der Park-Universal-AFM-Systeme während der Messung angezeigt. Hierbei handelt es sich um eine zeilenweise Höhendarstellung der Messdaten, die die enthaltenen Höheninformationen plastisch veranschaulicht. Bei SXMEdit kann die Anzeige verdeckter Linien wahlweise unterdrückt werden. Dadurch wird die Klarheit der Darstellung erhöht.

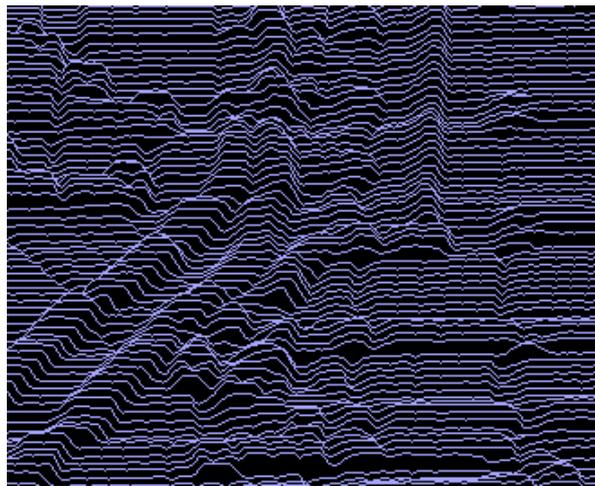


Abbildung 4.6: A-Trace-Darstellung

4.2.1.6 Rauheitsübersicht

Zur schnellen Beurteilung der Rauheitswerte eines Messbildes kann die Rauheitsübersicht verwendet werden. Wird diese Funktion angewählt, werden folgende Rauheitsgrößen in das Protokollfenster ausgegeben. Eine genaue Beschreibung der einzelnen Rauheitsgrößen befindet sich in Kapitel 5.2.

- Arithmetischer Mittenrauwert R_a
- Quadratischer Mittenrauwert R_q (engl. RMS roughness)
- Gemittelte Rautiefe R_z nach DIN 4768
- Gemittelte Rautiefe R_z nach ISO 4287/1
- Maximale Rautiefe R_{max}
- Rautiefe R_t
- Schräge R_{sk} (engl. skewness)
- Kurtosis R_{ku}

4.2.1.7 Rauheitsanalyse

Sollen Rauheitswerte von verschiedenen Regionen des Messbildes miteinander verglichen werden, kann die Funktion “Rauheitsanalyse” angewandt werden. Mit Hilfe des Mauszeigers lassen sich beliebig viele Regionen im Messbild markieren. Diese dürfen sich auch überlappen. Die jeweils zuletzt markierte Region ist aktiviert und wird rot umrandet dargestellt, die anderen Regionen besitzen einen grünen Rahmen. Mit Hilfe von zwei Buttons in der Dialogbox (Abbildung 4.7) kann die Aktivierung auf eine andere Region gewechselt werden, um diese anschließend zu löschen. In die Rauheitsanalyse gehen alle markierten Regionen ein. Dabei spielt die Aktivierung keine Rolle. Es können wahlweise unabhängige Rauheitsanalysen für jede einzelne Region oder eine gemeinsame Rauheitsanalyse über die Gesamtfläche der Regionen erstellt werden. Vor Beginn der Rauheitsanalyse kann wahlweise eine automatische Tiltkorrektur erfolgen. Diese wird auf jede markierte Region individuell angewandt.

Die Ergebnisse der Rauheitsanalyse werden im Protokollfenster ausgegeben. Alle bereits im vorherigen Abschnitt “Rauheitsübersicht” aufgeführten Rauheitsgrößen werden berechnet.

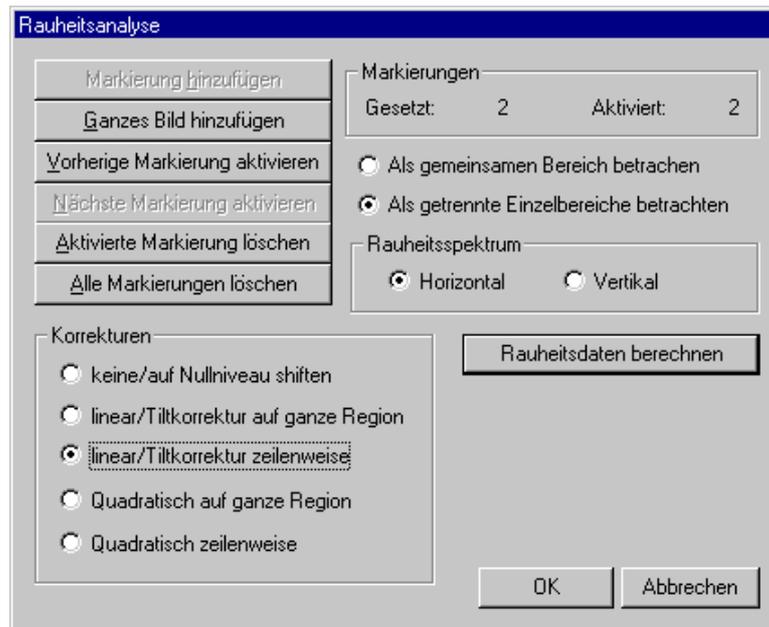


Abbildung 4.7: Dialogbox "Rauheitsanalyse"

4.2.1.8 Rauheitsspektren

Drei verschiedene Methoden von Rauheitsspektren ermöglichen die Ermittlung von längenabhängigen Rauheitswerten auf dreidimensionalen Oberflächen. Eine Beschreibung der einzelnen Methoden befindet sich in Kapitel 5.

Da zur Berechnung der Spektren je nach Auflösung des zu untersuchenden Bildes bis zu mehreren Milliarden Fließkommaoperationen durchgeführt werden müssen, kann die benötigte Rechenzeit im Bereich von Stunden liegen. Die Berechnung kann durch Drücken der Escape-Taste ("ESC") abgebrochen werden. Da SXMEdit als ein einziger Prozess ohne Multithreading realisiert ist, kann während der Berechnungen mit dem Programm nicht anderweitig gearbeitet werden. Die Ergebnisse werden sowohl im Protokollfenster aufgelistet als auch in einer Datei in tabellarischer Form gespeichert. Der Pfadname hierfür kann ebenso wie die Auflösung der Spektren im Konfigurationsdialog festgelegt werden. Der Dateiname der Tabelle leitet sich vom Dateinamen des Messbildes ab.

4.2.2 Bildbearbeitung

4.2.2.1 Offset und Gain

Über die Offset- und Gaineinstellmöglichkeiten lässt sich die Projektion des Messdatenraums (im Normalfall 16 bit, d.h. $2^{16} = 65536$ Werte) auf den Anzeigeraum (8 bit, d.h. $2^8 = 256$ Werte) beeinflussen. Dies geschieht über den linearen Zusammenhang

$$W_{Anzeige} = \text{Gain} \cdot W_{Mess} + \text{Offset} \quad (4.1)$$

Anschaulich entspricht Offset einer Helligkeitseinstellung, Gain dagegen einer Kontrasteinstellung.

Mit Hilfe des Menüpunkts “Offset/Gain einstellen” können beide Werte getrennt manipuliert werden. Änderungen werden hierbei unmittelbar angezeigt. Da je nach Art der Messungen die Wertebereiche im Messdatenraum sehr unterschiedlich groß sein können, ist über einen getrennten Schieberegler jeweils der maximale Regelbereich einstellbar. Somit kann sowohl im Bereich von großen als auch von kleinen Offset- und Gainwerten leicht die optimale Einstellung gewählt werden. Um abschätzen zu können, wieviele und welche Messpunkte auf Werte unterhalb oder oberhalb des Abbildungsbereichs projiziert werden, können diese über die Checkbox “gesättigte Punkte hervorheben” farblich markiert werden. Über “Offset/Gain eingeben” ist eine direkte Eingabe von Zahlenwerten für Offset und Gain möglich.

Darüber hinaus lässt sich mit “Offset/Gain optimieren” eine automatische Einstellung der Werte durchführen. Hierbei wird ein einstellbarer Anteil der kleinsten und größten Messwerte (Ausreisser) vernachlässigt, die verbleibenden Messwerte werden auf einen Teilbereich des Anzeigeraums abgebildet. Die Voreinstellungen sind so gewählt, dass 5% der kleinsten und 5% der größten Messwerte vernachlässigt werden und die verbleibenden Werte auf 90% des Anzeigeraums projiziert werden. Diese Werte sind im Einstellungsmenü konfigurierbar.

Um gezielt einzelne Bereiche eines Bildes in Offset und Gain zu optimieren, existiert darüber hinaus eine spezielle Funktionalität im Cross-Section-Dialog (siehe Abschnitt 4.2.1.1).

4.2.2.2 Tiltkorrektur

Aufgrund der Konstruktion der eingesetzten Messköpfe ist es praktisch unmöglich, die Probengrundfläche exakt orthogonal zur Cantileverspitze auszurichten. Hieraus resultie-

ren Verkippungen der Höheninformationen des Messbildes in horizontaler und vertikaler Richtung. Häufig führt diese sogenannte Tilt sogar zu größeren Höhenunterschieden als sie die interessierenden Strukturen der Probenoberfläche besitzen. Um dennoch zu abmessbaren Höheninformationen zu gelangen, lässt sich der von der Tilt erzeugte Höhenanteil numerisch abziehen. Diese lineare Tiltkorrektur (Abbildung 4.8) kann in horizontaler und vertikaler Richtung getrennt manuell eingestellt oder automatisch bestimmt werden. Wahlweise können auch drei Punkte mit Hilfe des Mauszeigers markiert werden (Button “lineare 3-Punkt-Tilt”), woraufhin die Tiltwerte derart festgelegt werden, dass diese Punkte nach der Korrektur auf der gleichen Höhenebene liegen.

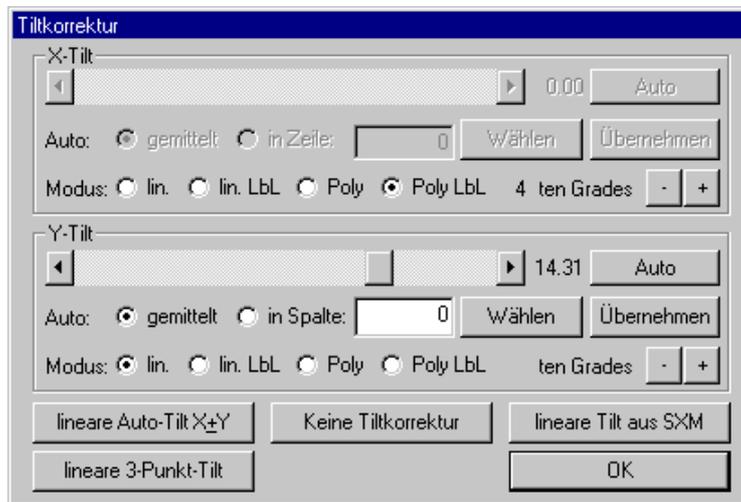


Abbildung 4.8: Dialogbox “Tiltkorrektur”

Die verwendeten Piezo-Scannerröhrchen zeigen ein konstruktionsbedingtes Übersprechen von x- und y-Stellbewegungen auf die z-Position der Probe am Ort der Cantileverspitze. Dieses durch die Geometrie verursachte Verhalten folgt einer quadratischen Abhängigkeit, d.h. bei Messungen mit nur kleiner Auslenkung des Scanners kann diese Abweichung vom linearen Verhalten vernachlässigt werden, bei Messungen auf einer größeren Fläche ist der Einfluss jedoch deutlich erkennbar. Auch hier besteht wieder der Wunsch, diesen Effekt soweit als möglich korrigieren zu können, um unverfälschte Oberflächeninformationen der Probe zu erhalten. Hierzu ist ein polynombasierendes Oberflächenfitting integriert, mit dessen Hilfe Korrekturen bis hin zur neunten Ordnung vorgenommen werden können. Dieses Verfahren ist auch insbesondere dann einsetzbar, wenn die betrachtete Probe sowohl eine Grundwelligkeit auf großer Skala als auch feinere Strukturen besitzt, aber nur letztere interessieren.

In der normalen Anwendung werden die Parameter für die Tiltkorrektur zunächst über das ganze Bild gemittelt bestimmt und dann auf jede Zeile bzw. Spalte angewandt. Für Korrekturen auf komplexen Oberflächen besteht darüber hinaus aber auch noch die Möglichkeit der Line-by-Line-Korrektur (in der Dialogbox als “LbL” bezeichnet).

Hierbei werden der Fit (wahlweise linear oder polynombasierend) und die Korrektur zeilen- bzw. spaltenweise vorgenommen. Die Interpretation der so entstandenen Bilder ist allerdings nicht immer einfach. Insbesondere im Falle einer späteren Vermessung sollte diese Korrektur kritisch und überlegt eingesetzt werden.

Wird in horizontaler bzw. vertikaler Richtung eine Line-by-Line-Korrektur gewählt, so ist in der jeweils anderen Richtung maximal eine lineare Korrektur möglich.

4.2.2.3 Farbpaletten

Die zweidimensionale Datendarstellung und – sich daraus ableitend – auch die dreidimensionale Darstellung können mit verschiedenen Farbpaletten mit Verläufen geschehen. Jede dieser Farbpaletten nimmt eine Zuordnung der Höheninformation zu Helligkeits- bzw. Farbinformation vor. Alle Werte einer Farbpalette können in der zweidimensionalen Datendarstellung in Form eines Farbbalkens angezeigt werden.

Die Dialogbox “Palette wählen” (Abbildung 4.9) bietet neben acht vordefinierten Paletten (Grau, Blau 1, Blau 2, Gold, Lila, Rot, Grün und Gelb) acht frei definierbare lineare Farbverläufe und acht frei definierbare Regenbogen-Farbverläufe. Bei den vordefinierten Paletten werden jeweils höherliegende Messpunkte heller dargestellt. Die veränderbaren Farbpaletten lassen sich über ein Eingabefeld und den Button “Übernehmen” mit einer Benennung versehen und mit Hilfe des Buttons “Editieren” bearbeiten. Die Paletteninformationen werden beim Beenden des Programms gesichert und stehen somit in späteren Programmaufrufen wieder zur Verfügung.



Abbildung 4.9: Dialogbox “Palette wählen”

Soll eine Palette mit linearem Farbverlauf bearbeitet werden, erscheint eine weitere Dialogbox “Freie Palettendefinition” (Abbildung 4.10), in der für die drei Grundfarben Rot,

Grün und Blau getrennt ein Basiswert “Offset” und eine Steigung “Gain” über Schieberegler eingestellt werden können. Bei der Steigung sind auch negative Werte einstellbar. In diesem Fall erscheint der jeweilige Farbanteil negativ, d.h. höher liegende Messpunkte werden dunkler als tiefer liegende dargestellt. Zur Erleichterung der Palettendefinition kann über die Buttons “Von” bzw. “Bis” ein Farbwert ausgewählt werden, der dem tiefsten bzw. höchsten darstellbaren Punkt in der zweidimensionalen Darstellung entspricht. Die Farbwerte dazwischenliegender Höhenwerte werden daraufhin linear interpoliert. Über ein Eingabefeld lässt sich die Palette mit einer Bezeichnung versehen. Über eine Dropdown-Liste kann gewählt werden, auf welchem der acht Speicherplätze die Palette nach dem Schließen der Dialogbox durch einen Druck auf den Button “OK” abgelegt werden soll.

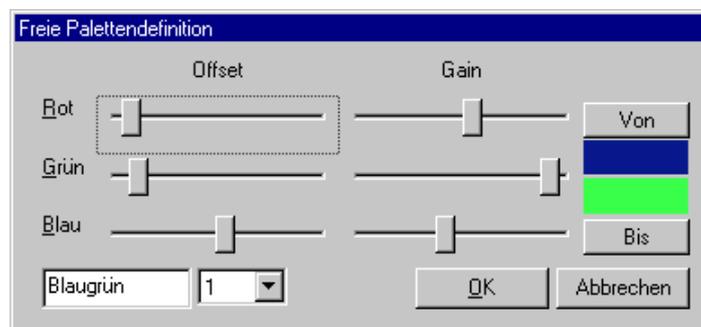


Abbildung 4.10: Dialogbox “Freie Palettendefinition”

Bei den Regenbogen-Farbpaletten (Abbildung 4.11) kann pro Grundfarbe Rot, Grün und Blau ein Farbpeak in die Höhen-zu-Farbwert-Skala geschoben werden. Lage und Größe dieser parabelförmigen Farbpeaks können durch die Schieberegler “Zentrum des Peaks”, “Breite des Peaks” und “Höhe des Peaks” beeinflusst werden. Abbildung 4.12 verdeutlicht die Bedeutung der einzelnen Parameter.

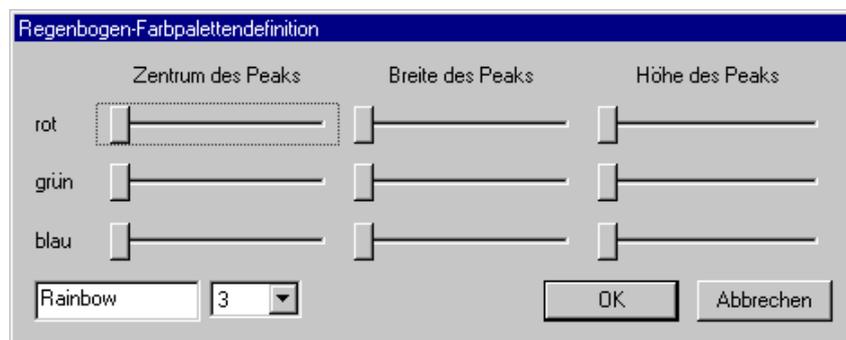


Abbildung 4.11: Dialogbox “Regenbogen-Farbpalettendefinition”

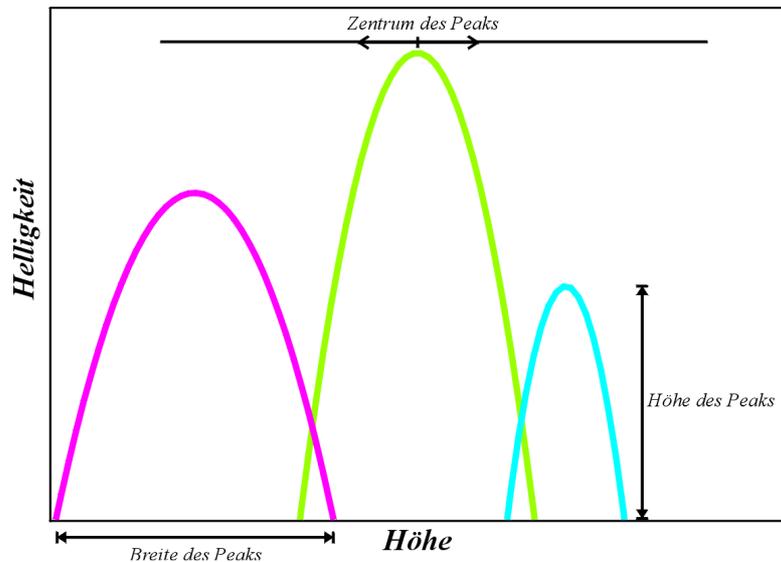


Abbildung 4.12: Schema der Regenbogen-Farbpalettendefinition

4.2.2.4 Region of Interest

Häufig erstreckt sich die interessierende Bildinformation nicht über das ganze Messbild, so dass es wünschenswert ist, die Anzeige auf die relevante Region, die sogenannte Region of Interest, zu beschränken. Beispielsweise zeigen insbesondere Lateralkraftbilder einen recht breiten Einlaufstreifen zu Beginn jeder Zeile der schnellen Scanrichtung, d.h. es existiert ein Bereich, in dem sich die Messspitze aus ihrem Ruhezustand zunehmend verkippt, bis das Kräftegleichgewicht und somit eine Grundausslenkung erreicht ist, mit der das restliche Bild aufgenommen wird. Je nach Art der Messung können diese Einlaufstreifen unerwünscht sein.

Die Region of Interest (Abbildung 4.13) kann entweder auf dem Bild mit Hilfe des Mauszeigers oder durch Eingabe von Koordinaten festgelegt werden. Auf Basis der Region of Interest lässt sich ein neues Messbild generieren, wobei dessen resultierende Auflösung in fünf Stufen gewählt werden kann. Die Parameter der Messung werden hierbei entsprechend angepasst in das neue Bild übernommen. Das Bild selbst wird durch lineare Interpolation zwischen benachbarten Punkten erzeugt.

4.2.2.5 Driftkorrektur

Während einer Messung kommt es häufig zu einer leichten Verschiebung der Probenoberfläche, der sogenannten Drift. Diese kann sowohl durch thermische Ausdehnung als auch durch ein Creep-Verhalten des Piezo-Scanners hervorgerufen werden. Eine Drift parallel

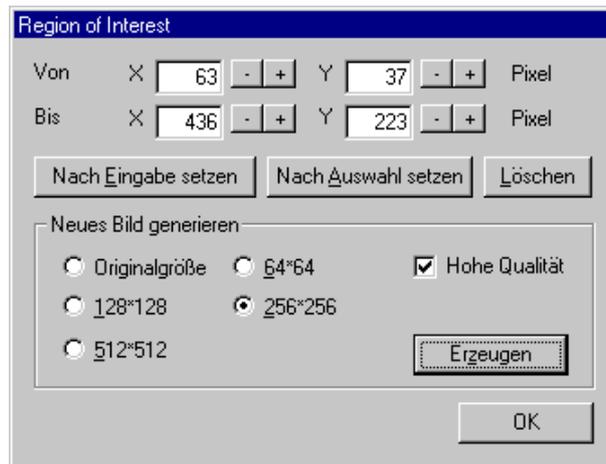


Abbildung 4.13: Dialogbox "Region of Interest"

zur langsamen Scanrichtung äußert sich als Stauchung oder Streckung des Bildes, eine Drift entlang der schnellen Scanrichtung dagegen als Verscherung, d.h. ein Rechteck auf der Probenoberfläche wird als Parallelogramm abgebildet.



Abbildung 4.14: Dialogbox "Driftkorrektur"

Die Drift entlang der schnellen Scanrichtung kann mit Hilfe der Driftkorrektur ausgeglichen werden. Dazu wird mit dem Mauszeiger eine Linie auf dem Bild markiert, welche in einem Bild ohne Drift vertikal stehen sollte. Danach wird in der Dialogbox (Abbildung 4.14) angezeigt, um welchen Winkel die Linie von der Senkrechten abweicht und wievielen Punkten in horizontaler Richtung dies bezogen auf die gesamte Bildhöhe entspricht. Alternativ zur Markierung der Strecke kann auch einer dieser beiden Werte direkt eingegeben werden. Die Driftkorrektur versichert das Bild dann derart, dass die markierte Linie vertikal ausgerichtet wird. Dabei gehen Informationen am rechten bzw. linken Rand des Bildes verloren, so dass es zweckmäßig ist, nach einer Driftkorrektur aus dem Zentralbereich eines Messbildes durch die Region of Interest-Funktion ein neues Bild zu erzeugen.

4.2.2.6 Glitchentfernung

Kurzzeitige mechanische oder elektrische Störungen während der Messungen führen manchmal zu sogenannten Glitches. Auf den Messbildern zeigen sich diese als eine Folge von Datenpunkten innerhalb einer Zeile oder innerhalb von benachbarten Zeilen, deren Werte sich von den umgebenden Werten deutlich erkennbar abheben. Manchmal treten auch typische Ausprägungen hochfrequenten Schwingverhaltens innerhalb einer Zeile auf, d.h. große und kleine Messwerte wechseln sich in rascher Folge ab.

Da die Glitches keinerlei relevanten Informationen für die Bildauswertung tragen, ist es aus ästhetischen Gründen wünschenswert, diese vor der weiteren Bearbeitung so weit als möglich zu unterdrücken, insbesondere da viele Messungen nicht beliebig wiederholbar sind. Dies ist beispielsweise dann der Fall, wenn die Probenoberfläche durch den Scanningvorgang modifiziert wird oder die Probe in ihrer zu beobachtenden Form nur eine kurze Lebensdauer besitzt, also keine Möglichkeit besteht, eine weitere, nicht glitchbehaftete Messung durchzuführen.



Abbildung 4.15: Dialogbox “Glitchentfernung”

Die Entfernung der Glitches geschieht durch Ersetzen der “verunreinigten” Bildpunkte durch interpolierte Werte der benachbarten Zeilen. Es können entweder eine bestimmte Anzahl von Punkten innerhalb einer Zeile (Modus “Glitches (einzelne Pixel) entfernen”) oder ganze Zeilen (Modus “Glitches (Störzeilen) entfernen”, Abbildung 4.15) mit Hilfe der Maus markiert werden. Die Anzahl der in die Werteinterpolation einflussenden Zeilen ist wählbar. Ebenso lässt sich bestimmen, ob nur Zeilen oberhalb, unterhalb oder ober- und unterhalb der zu ersetzenden Zeile mit eingehen sollen. Die jeweils zuletzt durchgeführte Ersetzung lässt sich rückgängig machen.

4.2.2.7 Filterfunktionen

Eindimensionaler Mittelwert-Filter Zeigt eine Messung starke rauschbedingte Störungen, so können diese zu Lasten der Auflösung mit Hilfe des eindimensionalen

Mittelwert-Filtern zum Teil ausgeglichen werden. Dieser Filter ersetzt jeden Bildpunkt durch ein Mittel aus den Werten seiner 1...n horizontalen oder vertikalen Nachbarpunkte. Die maximale Entfernung n ist frei wählbar. Die Mittelung kann entweder gleichgewichtet (in diesem Fall gehen alle einbezogenen Bildpunkte mit gleicher Gewichtung in die Mittelbildung ein) oder linear abnehmend (hier gehen vom zu korrigierenden Punkt entferntere Bildpunkte mit geringerer Gewichtung in die Mittelbildung ein) vorgenommen werden (Abbildung 4.16).



Abbildung 4.16: Dialogbox "eindimensionaler Mittelwert-Filter"

Bearbeitbarer zweidimensionaler Mittelwert-Filter Der zweidimensionale Filter ist wie die eindimensionale Version ebenfalls ein mittelwertbildender Filter. Bei diesem fließen aber Nachbarpunkte aus horizontaler und vertikaler Richtung in die Mittelwertbildung ein, wobei sich die Gewichtung des Werts und jeder seiner acht Nachbarn durch jeweils einen Faktor festlegen lässt (Abbildung 4.17). Eine Normierung der gemittelten Werte auf den Abbildungswertebereich (8 bit bzw. 16 bit) wird automatisch vorgenommen.

Eine Anwendung dieses Filters ist beispielsweise die Visualisierung von Kanten. Dies geschieht, indem gegenüberliegende Felder in der interessierenden Richtung mit Werten mit entgegengesetztem Vorzeichen besetzt werden.



Abbildung 4.17: Dialogbox "bearbeitbarer zweidimensionaler Mittelwert-Filter"

Zweidimensionaler Median-Filter Bei diesem erstmals von Tukey [43] beschriebenen Filter wird ein Fenster über alle Punkte der Messdatenmatrix bewegt und der Wert in der Mitte des Fensters durch den Median der Original-Messwerte der im Fenster

enthaltenen Bildpunkte ersetzt. Median-Filter sind in der Signalverarbeitung sehr verbreitet, da sie einerseits sehr gut ein mit einzelnen Peaks durchsetztes Rauschen unterdrücken, aber - im Gegensatz zu frequenzorientierten Tiefpass-Filtern - scharfe Kanten erhalten [44].

Der in SXMEdit integrierte Median-Filter erlaubt es, die Filterreichweite getrennt in x- und y-Richtung auf x bzw. y Pixel festzulegen (Abbildung 4.18). Darüber hinaus kann die Form des Fensters, innerhalb dessen die Punkte zur Ermittlung des Medians herangezogen werden, zwischen Rechteck (hier gehen $x \cdot y$ Werte in die Medianbildung ein) und Kreuz (hier gehen x Werte in derselben Zeile und y Werte in derselben Spalte wie der jeweils zu filternde Punkt ein) gewählt werden.

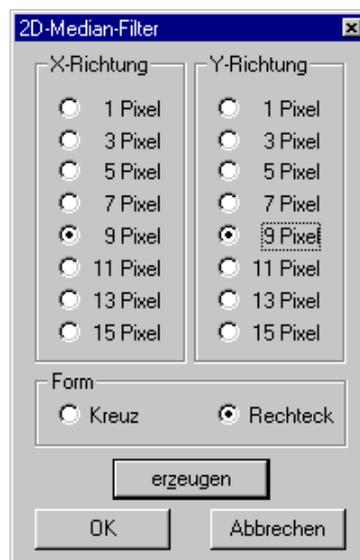


Abbildung 4.18: Dialogbox "zweidimensionaler Median-Filter"

Fourier-Transformation und -Filter Bei der Fourier-Transformation (Abbildung 4.19) werden die Messdaten vom Ortsraum in den Frequenzraum konvertiert und in einer getrennten zweidimensionalen Darstellung angezeigt. Die Fourier-Transformation ist nur für Bilder mit einer Seitenlänge von 2^n Pixeln möglich. In der fourier-transformierten zweidimensionalen Darstellung können beliebig viele rechteckige Bereiche markiert werden, welche dann bei der folgenden Rücktransformation vom Frequenzraum in den Ortsraum wahlweise berücksichtigt oder ignoriert werden. So lassen sich nicht nur gezielt Störfrequenzen entfernen, sondern es besteht auch eine Möglichkeit, bei einer Messung, bei der der Hauptinhalt auf großflächigen Strukturen liegt, Rauschanteile zu beseitigen.

Eine häufige Anwendung des Fourier-Filters ist das Beseitigen des sogenannten Netzbrummens. Bei ungenügender Entkopplung der Messeinrichtung von der Spannungsversorgung kann es vorkommen, dass sich ein 50 Hz-Brummen den eigentli-

chen Messdaten überlagert. Dieses Brummen lässt sich mit Hilfe des Fourier-Filters gut beseitigen, da eine klar definierte Störfrequenz vorliegt.

Zur Durchführung der Fourier-Transformation wird die Methode der FFT (*Fast Fourier Transformation*) benutzt, die auf Cooley und Tuckey [45] zurückgeht. Anwendung findet eine zweidimensionale Fourier-Transformation [46] mit Radix-2-, Radix-4- und Radix-8-Optimierungen. Die Subroutinen zur eigentlichen Berechnung stammen aus der Bibliothek von Takuya Ooura [47].

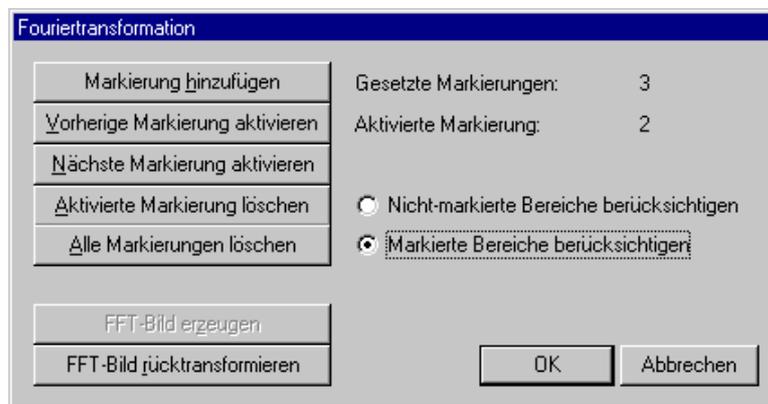


Abbildung 4.19: Dialogbox "Fourier-Transformation"

4.2.2.8 Spiegeln, Invertieren, Drehen

Manchmal kann es nötig sein, ein aufgenommenes Messbild horizontal oder vertikal zu spiegeln (z.B. nach einer Messung mit einem verpolt kontaktierten Piezo-Scanner) oder die Anzeige zu invertieren. SXMEdit bietet entsprechende Möglichkeiten im Menü "Bildbearbeitung". Ein Anwählen des betreffenden Menüpunkts alterniert den jeweiligen Zustand, welcher durch ein kleines Häkchen angezeigt wird. Ein Drehen des Messbildes um 90° ist ebenfalls möglich. Hierbei ist zu beachten, dass sich die Spiegelungs- und Invertierungsfunktionen nur auf die Anzeige beziehen, die Dreh-Funktionen dagegen die Messdaten umsetzen, so dass die verdrehten Messdaten abgespeichert werden können.

4.2.3 Laden und Speichern

4.2.3.1 Messdaten laden

SXMEdit bietet die Möglichkeit, Messdateien von drei verschiedenen Rastersondenmesssystemen zu importieren:

- Dateien im SXM-Dateiformat der lokal entwickelten PC-basierten Eigenbau-Messsoftware. Diese Dateien sind mit den Endungen *SXM* (bei unbearbeiteten Messdaten) bzw. *SXB* (bei bereits bearbeiteten Messdaten) versehen. SXM-Dateien können Messdaten mit einer Auflösung von maximal $32768 \cdot 32768$ Punkten bei 8 bit oder 16 bit Datentiefe beinhalten.
- LIF-Dateien der Universal-Messsysteme der Firma Park Scientific Instruments. Die möglichen Auflösungen sind $128 \cdot 128$, $256 \cdot 256$ und $512 \cdot 512$ Punkte bei einer Datentiefe von 16 bit. Dateien können ein oder zwei Messbilder enthalten. Diese werden von SXMEdit getrennt importiert. Die Dateien besitzen normalerweise keine Endung.
- HDF-Dateien der Autoprobe-CP-Messsysteme der Firma Park Scientific Instruments. Diese Dateien besitzen die Endung *HDF*. HDF ist das Hierarchical Data Format, welches im Rahmen des HDF-Projekts am National Center for Supercomputing Applications entwickelt wurde und ein universelles Dateiformat zum Austausch wissenschaftlicher Daten darstellt. [48] [49] [50]

SXMEdit erkennt anhand des Dateiinhalts automatisch, welcher Datentyp vorliegt. Misslingt dies, erfolgt eine Warnung und der Ladevorgang wird abgebrochen. Mit Hilfe der Umschalttaste (“Shift”) und der Steuerungstaste (“Control”) lassen sich im “Öffnen”-Dialog mehrere Dateien zum gleichzeitigen Laden auswählen.

SXMEdit nimmt beim Programmstart automatisch eine Registrierung für die Dateierendungen PK, SXM, SXB, HDF und BSX vor. Dies bewirkt, dass von nun an Dateien, die diese Endungen besitzen, permanent SXMEdit zugeordnet sind. Durch einen Doppelklick auf eine derartige Datei wird automatisch SXMEdit gestartet, sofern dies nicht bereits der Fall ist, und die Datei geladen. BSX-Dateien sind die Caches der Dateiübersicht (siehe Abschnitt 4.2.3.3). Werden diese geladen, kommt die Dateiübersicht des entsprechenden Verzeichnisses zur Anzeige.

Ein unmittelbares Laden von Dateien über Netzwerk ist möglich. Es werden sowohl gemappte Laufwerke als auch der direkte Zugriff über UNC-Pfade unterstützt. Hiermit kann z.B. direkt ohne vorheriges Umkopieren auf die auf einer Workstation gespeicherten Messdaten eines Park-Universal-Systems zugegriffen werden. Dazu muss die Workstation des Messsystems unter dem Unix HP-UX mit der Netzwerksoftware Samba gestartet werden.

4.2.3.2 Dateivorschau

Mit der Dateivorschau-Funktion können alle Messdaten eines Verzeichnisses “durchgeblättert” werden. Dabei werden neben dem eigentlichen Messbild die wesentlichen Kenn-

daten der Messung, wie z.B. Scanwinkel, Scanfrequenz, verwendeter Cantilever und verwendeter Scanner, angezeigt (Abbildung 4.20). Diese Funktion kann zur gezielten Anwahl eines bestimmten Bildes verwendet werden. Um einen allgemeinen Überblick über die Messdaten eines Verzeichnisses zu erlangen, bietet sich stattdessen die Verwendung der Dateiübersichts-Funktion an (siehe Abschnitt 4.2.3.3).

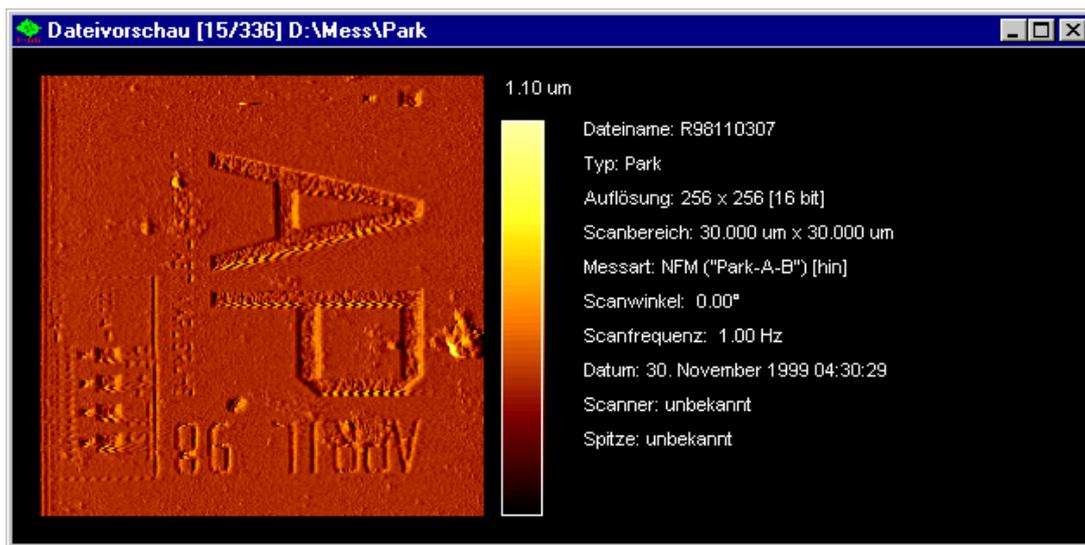


Abbildung 4.20: Ausgabefenster "Dateivorschau"

Unter anderem stehen die Pfeiltasten zum Wählen des angezeigten Bildes zur Verfügung. Mit einem Druck auf die Leertaste wird das momentan angezeigte Bild im Hintergrund geladen. Durch Betätigen der Eingabetaste wird zusätzlich die Dateivorschau-Funktion beendet. Mehrfachbilder innerhalb einer Park-Universal-Datei werden als zwei aufeinanderfolgende Bilder dargestellt.

4.2.3.3 Dateiübersicht

Die Dateiübersicht bietet eine sogenannte Thumbnail-Darstellung der Messdaten eines Verzeichnisses. Dabei werden alle Messbilder in einem Fenster verkleinert nebeneinander dargestellt (Abbildung 4.21). Befinden sich in dem Verzeichnis mehr Bilder als gleichzeitig angezeigt werden können, kommt eine Teilmenge zur Darstellung. Mit Hilfe eines Scrollbalken am Rand des Fensters oder der Pfeiltasten kann der dargestellte Ausschnitt gewählt werden.

Die Darstellung der Bilder kann mit jeweils $32 \cdot 32$, $48 \cdot 48$, $64 \cdot 64$, $96 \cdot 96$, $128 \cdot 128$ oder $192 \cdot 192$ Punkten erfolgen. Die Auswahl wird vor dem Aufruf der Dateiübersichtsfunktion im Einstellungs-menü getroffen. Bei kleinerer Darstellung ist die gleichzeitige Anzeige

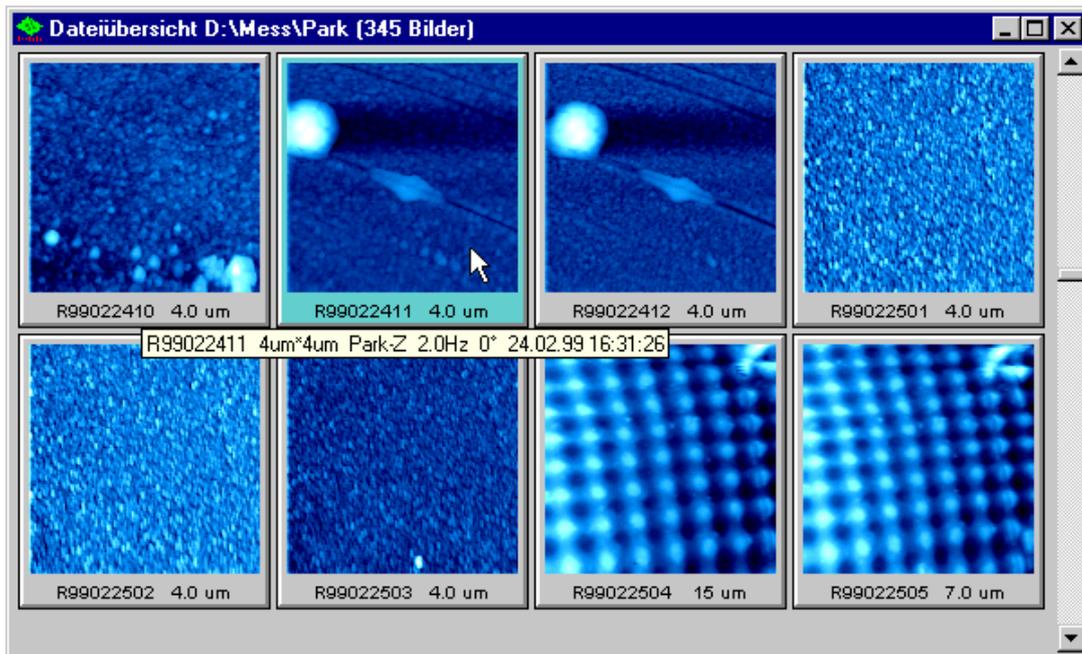


Abbildung 4.21: Ausgabefenster "Dateiübersicht"

einer größeren Zahl von Messbildern möglich, bei größerer Darstellung sind mehr Details auf den einzelnen Bildern erkennbar.

Mit Hilfe des Mauszeigers oder der Pfeiltasten kann ein Bild ausgewählt werden. Ruht der Mauszeiger für kurze Zeit über dem Bild, erscheint eine Einblendung mit den wichtigsten Kenndaten der Messung. Um weitere Daten zu einem Bild zu erhalten, lässt sich durch einen Klick mit der rechten Maustaste ein Informationsfenster anzeigen. Mit einem Doppelklick oder durch Druck auf die Leertaste wird das momentan markierte Bild in den Hintergrund geladen. Wird dabei zusätzlich die Umschalttaste ("Shift") betätigt, wird das Bild stattdessen in den Vordergrund geladen. Mehrfachbilder von Park-Universal-Messungen werden als zwei getrennte Teilbilder "a" und "b" angezeigt.

Da das Einlesen der einzelnen Messdatenfiles bei grossen Verzeichnissen eine längere Zeit dauern kann, legt SXMEdit ein sogenanntes Browser-Cache-File an. In diesen Dateien, die die Dateiendung BSX tragen, sind für das jeweilige Verzeichnis die sogenannten Headerinformationen (also die Liste der Messparameter) und die verkleinerten Ansichten aller Messbilder gespeichert. Dadurch werden spätere Aufrufe der Dateiübersicht in dem jeweiligen Verzeichnis erheblich beschleunigt, da die jetzt einzulesende Datenmenge nur ein Bruchteil der Originaldatenmenge ist. Wird die Dateiübersichts-Funktion nacheinander mit verschiedenen Auflösungen in einem Verzeichnis aufgerufen, wird für jede dieser Auflösungen ein Browser-Cache-File angelegt. Diese Browser-Cache-Dateien können auch im Batchverfahren für ganze Verzeichnisbäume generiert werden. Es ist

insbesondere sinnvoll, diese anzulegen bevor Messdaten auf ein Nur-Lese-Medium (z.B. eine CD-recordable) kopiert werden, damit ein bequemer und schneller Zugriff auf die Daten möglich ist.

Um einen Überblick über mehrere Messserien zu bekommen, kann einerseits mit den Pfeiltasten in Kombination mit der Steuerungstaste ("Control") zu parallelliegenden Verzeichnissen gewechselt werden, andererseits können beliebig viele Dateiübersichtsfenster gleichzeitig geöffnet sein.

4.2.3.4 Messdaten speichern

Die im aktiven Fenster angezeigten Messdaten können in verschiedenen Formaten gespeichert werden. Die Auswahl des Formats geschieht in einem Drop-Down-Menu im Dateiauswahldialog.

Bearbeitete SXM-Dateien Hiermit werden die Messdaten im SXM-Datenformat der lokal entwickelten PC-basierten Eigenbau-Messsoftware abgespeichert. Dazu wird die Dateiendung *SXB* verwendet, damit die Dateien deutlich von unveränderten Original-Messdateien (welche die Endung *SXM* besitzen) zu unterscheiden sind.

Park-Dateien Unter diesem Punkt können die Messdaten des momentan aktiven Bildes als LIF-Dateien im Format der Park-Universal-Messsysteme abgespeichert werden. Dies ermöglicht eine Weiterbearbeitung mit der dort vorhandenen Image-Processing-Software. Eine Speicherung in diesem Format ist nur möglich, wenn das abzuspeichernde Bild $128 \cdot 128$, $256 \cdot 256$ oder $512 \cdot 512$ Punkte groß ist. Die Dateien werden standardmässig mit der Endung *PK* versehen.

Datentabelle Zur rechnerischen Nachbearbeitung von Messdaten ist es häufig praktisch, diese in Form einer Datentabelle als Textdatei vorliegen zu haben. Solche Datentabellen sind mit der Export-Funktion generierbar. Es können wahlweise die reinen z-Werte (als Messwerte, als Höhenwerte oder als 8 bit Abbildungswerte) in Form einer Matrix oder die x-, y- und z-Werte der Datenpunkte als Koordinatenliste abgespeichert werden. Die x- und y-Koordinaten können in letzterer Form in Bildpunktkoordinaten oder in Abstandseinheiten in Ångström ausgegeben werden. Datentabellen tragen die Dateiendung *DAT*.

VRML-Modell Durch Speicherung der Messdaten in der Virtual Reality Modelling Language kann die gemessene Oberfläche mit Hilfe eines geeigneten VRML-Browsers, z.B. dem Cosmo Player von Silicon Graphics, interaktiv im dreidimensionalen Raum bewegt und betrachtet werden. Die Dateiendung lautet *WRL*. [51]

Portable Graymap Das Portable Graymap Format ist insbesondere unter UNIX stark verbreitet. Durch seine einfache textbasierte Darstellung der Werte eignet es sich besonders gut zur numerischen Nachverarbeitung der Messdaten. Es existieren bereits viele Programme, die Portable Graymaps einlesen können. Die Endung dieser Dateien ist *PGM*. [52]

4.2.3.5 Anzeige speichern

Der Inhalt des momentan aktiven Fensters kann über die Funktion “Anzeige speichern” als Grafikdatei abgespeichert werden. Die Größe der abgespeicherten Grafik entspricht der des Fensterinhalts. Es können also nicht nur die eigentlichen Messbilder gespeichert werden, sondern ebenso 3D-Darstellungen, Höhenhistogramme, Cross-Sections etc.

Es steht hierzu eine Vielzahl verschiedener Grafikformate zur Verfügung, damit ein Import in Drittprogramme möglichst direkt ohne vorherige Konvertierungsstufe möglich ist. Die Unterstützung mehrerer Grafikformate ist leider nötig, da noch immer kein allumfassender Standard für Grafikdateien existiert, der von jeder Software verstanden wird. Welches Grafikformat im Einzelfall zum Export von Ansichten passend ist, hängt von der Software ab, mit der die Dateien nachverarbeitet werden sollen.

Im Folgenden sind die einzelnen unterstützten Grafikformate aufgeführt.

Windows-Bitmap Dieses Dateiformat ist unter Microsoft Windows weit verbreitet und wird von vielen Applikationen unterstützt. Bei der Speicherung der die Endung *BMP* tragenden Bilddateien existiert allerdings eine Abhängigkeit von dem installierten Grafiktreiber und der dort eingestellten Farbtiefe. Dies kann in Einzelfällen zu Problemen beim Import in andere Programme führen.[53]

TIFF Unter der Bezeichnung TIFF (Tagged Image File Format) mit der Endung *TIF* ist eine Vielzahl verschiedener Grafikformate zusammengefasst. SXMEdit speichert unkomprimierte 24 bit RGB-Bilder. Allerdings kann es aufgrund der Komplexität dieses Dateiformats zu Inkompatibilitäten mit verschiedener Software kommen, so dass nicht gewährleistet ist, dass TIFF-Dateien überall problemlos eingelesen werden können. [54]

Targa Image File Dieses vom AT&T Electronic Photography and Imaging Center entwickelte Grafikformat ist im Bereich der professionellen Bildverarbeitung recht gebräuchlich. [55]

PC Paintbrush Bitmap Bei diesem weitverbreiteten Grafikformat mit der Dateienendung *PCX* wird durch Run-Length-Encoding die Dateigröße verlustfrei verkleinert. [56]

SGI Image File Für den Export von Ansichten zu Silicon-Graphics-Workstations ist dieses Dateiformat am besten geeignet. Die Dateien tragen die Endung *RGB*. [58]

Portable Pixmap Das Portable Pixmap Format mit der Dateiendung *PPM* wird insbesondere von Grafiksoftware auf Unix-Workstations unterstützt. [57]

Enhanced Metafile Dieses Dateiformat mit der Dateiendung *EMF* speichert im Gegensatz zu den vorherigen Dateiformaten nicht Farbinformationen zu den einzelnen Bildpunkten, sondern beinhaltet ein Protokoll der einzelnen Grafikanweisungen, die nötig waren, um die abzuspeichernde Darstellung zu erzeugen. Dies ermöglicht die Nachbearbeitung einzelner Bildabschnitte und -elemente in vektororientierten Grafikprogrammen wie z.B. CorelDraw. [59]

Ausser bei Enhanced Metafiles werden die Bilddaten jeweils mit 24 bit Farbtiefe in RGB-Codierung (d.h. 3 Byte pro Pixel, wobei jeweils ein Byte den Rot-, den Grün- und den Blau-Anteil beschreibt) gespeichert.

4.2.3.6 Anzeige in Zwischenablage kopieren

Der Inhalt des momentan aktiven Fensters kann über “Kopieren” als Bitmap in die Zwischenablage von Microsoft Windows kopiert werden. Aus dieser kann die Ansicht dann in viele Windows-Applikationen direkt übernommen werden, ohne dass ein Speichern als Grafikdatei und erneutes Laden in der Applikation nötig sind.

Bei manchen Ansichten steht darüber hinaus die Funktion “Bildinhalt kopieren” zur Verfügung. Bei der normalen zweidimensionalen Datendarstellung wird hier beispielsweise nur das eigentliche Messbild ohne Skalierung und Höhenbalken exportiert.

4.2.3.7 SXM-Zusammenstellungen

Um die Bearbeitung eines Satzes geladener Messbilder unterbrechen und zu einem späteren Zeitpunkt weiterführen zu können, besteht die Möglichkeit, SXM-Zusammenstellungen abzuspeichern. Diese Dateien mit der Endung *KSP* beinhalten eine Liste der momentan geladenen Messbilder mit ihrer jeweiligen Position und Größe innerhalb der SXMEdit-Anzeige. Werden diese KSP-Dateien geladen, werden alle zweidimensionalen Datendarstellungen wie abgespeichert auf dem Bildschirm angezeigt. Voraussetzung ist allerdings, dass die eigentlichen Messdateien noch zum Laden verfügbar sind, da in den SXM-Zusammenstellungen nur Verweise auf die Daten, jedoch nicht die Daten selbst gespeichert sind.

Mit den Funktionstasten *F7* und *F8* kann vorwärts bzw. rückwärts durch alle geladenen Bilder geblättert werden. Zusammen mit der Vollbild-Anzeige der zweidimensionalen Datendarstellung kann auf diese Art eine rudimentäre Präsentation realisiert werden.

4.2.4 Sonstige Funktionen

4.2.4.1 Informationen anzeigen

Jede Datei beinhaltet neben den eigentlichen Messdaten noch den sogenannten Dateiheder. In diesem sind Informationen über die Parameter der Messung abgespeichert, z.B. die x- und y-Ausdehnung des Scanbereichs, der verwendete Scanner, der verwendete Messkanal auf der AD-Wandlerkarte usw. Diese Informationen können in Klartext im Protokollfenster ausgegeben werden.

4.2.4.2 Headerdaten editieren

Gelegentlich kann es vorkommen, dass an den Headerdaten einer Messdatei nachträglich Änderungen vorgenommen werden sollen, z.B. um eine fehlerhafte Scannerkalibrierung oder Höheneichung auszugleichen, damit bei der weiteren Auswertung die korrekten Werte direkt abgelesen werden können. Hierfür besteht die Möglichkeit, die im Header befindlichen Parameter in einer Dialogbox gezielt zu editieren. Nicht bearbeitbar sind die Anzahl der Messpunkte in x- und y-Richtung und die Datentiefe, da dies zu einer Inkonsistenz der Messdatei führen würde.

Da bearbeitete Messdateien mit der Dateierdung *SXB* abgespeichert werden, ist die Unterscheidung zu Original-Messdateien mit der Endung *SXM* leicht möglich, so dass keine Verwechslungsgefahr besteht.

4.2.4.3 Bild rechnerisch erzeugen

Zwei Messbilder, die die gleiche Anzahl von Messpunkten besitzen, können miteinander rechnerisch zu einem neuen Bild verknüpft werden (Abbildung 4.22). Hierzu stehen die Grundrechenarten Addition, Subtraktion, Multiplikation und Division zur Verfügung. Dabei ist einstellbar, mit welchem Gewicht jedes der beiden Bilder in das resultierende Bild eingeht. Darüber hinaus lässt sich das zweite Bild pixelweise gegenüber dem ersten in x- und y-Richtung verschieben. Die Möglichkeit zur Differenzbildung beispielsweise wird – ähnlich wie der Hysteresemodus bei Cross-Sections – angewandt, um bei Lateralkraftbildern Reibungseffekte von Topographieeffekten trennen zu können.



Abbildung 4.22: Dialogbox "Bild rechnerisch erzeugen"

4.2.4.4 Testbilder erzeugen

Zum Testen der Filter-Funktionen, der Tilt-Korrektur etc. ist es wünschenswert, Messbilder mit eindeutig definierten Werten zu verwenden. Hierfür bietet SXMEdit die Möglichkeit, Bilder mit speziellen Testmustern zu generieren (Abbildung 4.23).



Abbildung 4.23: Dialogbox "Testbilder erzeugen"

Die Testbilder werden mit einem Standard-Header erzeugt. Die Header-Werte können allerdings nachträglich über “Headerdaten editieren” verändert werden. Die Testbilder können auch genutzt werden, um mit Hilfe der Funktion “Bilder rechnerisch erzeugen” in Verbindung mit realen Messbildern Bilder mit Störungen gezielt zu erstellen und um damit die verschiedenen Filtermethoden zu testen.

Die folgenden Testmuster stehen zur Verfügung:

Rechteck Diese Auswahl ergibt schachbrettartige Muster. Die Bilder enthalten nur zwei verschiedene Höhenwerte. Die Frequenzen geben die Anzahl der Felder in x- bzw. y-Richtung an.

Sinus Hiermit wird eine zweidimensionale Überlagerung von Sinuskurven in horizontaler und vertikaler Richtung erzeugt.

Parabel Dies ergibt ein Messbild mit einem parabelförmigen Höhenprofil, wobei der tiefste Punkt im Zentrum des Bildes angeordnet ist. Die Frequenz-Parameter legen die Vorfaktoren des quadratischen Anteils in x- und y-Richtung fest.

Inverse Parabel Die inverse Parabelfunktion entspricht der Parabelfunktion, nur befindet sich ein Maximum im Bildzentrum.

Rauschen Erzeugt ein mit Zufallswerten besetztes “Messbild”. Über die Funktion “Bilder rechnerisch erzeugen” kann dieses zu einem bestehenden Bild addiert werden.

Random Walk Die Funktion erzeugt ebenfalls ein zufallsgeneriertes “Messbild”, jedoch besteht eine Abhängigkeit jedes neuerzeugten Werts von seinen benachbarten Vorgängerwerten.

4.2.4.5 Fenster-Funktionen

Protokollfenster anzeigen Das Protokollfenster dient zur Ausgabe verschiedener Informationen und Ausgaben während des Programmlaufs (z.B. der Rauheitswerte und der Messdaten-Informationen). Im Protokollfenster können mit den unter Microsoft Windows üblichen Editierfunktionen Änderungen vorgenommen werden. Der Inhalt des Protokollfensters kann als Textdatei gespeichert, in die Zwischenablage kopiert oder ausgedruckt werden.

Fensterskalierung Es lassen sich mehrere vordefinierte Grössen für die Anzeige der verschiedenen Ausgabefenster auswählen. Damit ist eine einheitliche Grösse für den Export von mehreren Bildern einfach einstellbar.

Alle Fenster schliessen Mit dieser Funktion werden jegliche Fenster geschlossen. SXM-Edit befindet sich danach wieder im Startzustand.

Fensterliste Hiermit wird jeweils das ausgewählte Fenster aktiviert.

4.3 Beschreibung der Realisierung und innerer Funktionsweisen

4.3.1 Allgemeines

SXMEdit wurde unter Microsoft Visual C 5.0 entwickelt. Das Programm ist in der Programmiersprache C unter Verwendung der WIN32-API, also der Windows-Standardbibliothek, geschrieben [60]. Auf die Verwendung von C++ und der Microsoft Foundation Classes wurde verzichtet. Der Quellcode ist auf ca. 40 Einzeldateien aufgeteilt, damit eine einfache Wartbarkeit des ca. 35.000 Zeilen umfassenden Quelltexts möglich ist. Eine genaue Beschreibung der einzelnen Dateien wird im folgenden Abschnitt gegeben.

Die Auswertesoftware wurde so modular wie möglich entworfen, um das spätere Hinzufügen weiterer Funktionalitäten leicht möglich zu machen. Im Anhang ist der Quellcode der kommentierten Datei *skeleton.c* abgedruckt. Die darin enthaltenen Funktionen und Strukturen bilden eine Vorlage, die anschaulich verdeutlicht, wie weitere Anzeigeformen und Dialoge ergänzt werden können.

Für jedes geladene Messbild wird eine neue Datenstruktur `struct image_s` angelegt, welche in einer Liste der geladenen Bilder vermerkt wird. In dieser Datenstruktur werden alle Verweise auf aus dem Messbild abgeleitete Größen (z.B. Rauheitswerte) oder Darstellungen (z.B. Cross-Section) vermerkt, welche jeweils in getrennten Strukturen gespeichert sind. Der Speicher für diese Strukturen wird erst jeweils bei Bedarf belegt, so dass eine Erweiterung der Funktionalität des Auswerteprogramms keinen merklich erhöhten Speicherbedarf mit sich bringt.

Doppelbilder aus Park-Universal-Messdateien werden wie zwei getrennte Bilder behandelt, d.h. es existieren zwei getrennte Datenstrukturen. Die beiden Einzelbilder können jedoch gleichzeitig geladen werden.

4.3.2 Beschreibung der Gliederung des Quellcodes

Dieser Abschnitt soll einen kurzen Überblick vermitteln, welche Aufgaben die einzelnen Quellcode-Dateien haben. So weit wie möglich wurde einer modularen Programmierung besondere Aufmerksamkeit geschenkt. Eine Auflistung der exportierten Funktions-

Prototypen der einzelnen Quellcode-Dateien befindet sich in der zentralen Include-Datei *sxmedit.h*.

Sofern möglich und sinnvoll beginnen die Funktionsnamen, die von den einzelnen Dateien exportiert werden, mit dem Namen der jeweiligen Quellcode-Datei, um eine schnellere Orientierung im Programmtext zu ermöglichen. Eine Ausnahme hierzu ist *misc.c*. In dieser sind Einzelfunktionen für unterschiedliche Zwecke zusammengefasst.

Eine Kreuzreferenz der einzelnen Funktionen befindet sich im Anhang A.

about.c Dialogbox mit allgemeinen Informationen über das Programm.

atrace.c Anzeige der sogenannten ATrace-Darstellung.

calc.c Verschiedene Arten von Berechnungen auf Grundlage der Messdaten. Im einzelnen sind dies:

- Berechnen des optimalen Offsets und Gains für die Datenanzeige
- Ermitteln von Höhenhistogrammtabellen
- Ermitteln der Werte entlang von Cross-Sections
- Berechnen der Spalten- und Zeilenprofile
- Berechnen der Rauheitswerte einer Cross-Section
- Interpolieren von Werten zwischen zwei Messpunkten auf einer Cross-Section
- Bestimmen der Parameter für lineare Tilt-Korrektur
- Erzeugen eines neuen Bildes aus dem durch die Region of Interest festgelegten Bildausschnitt
- Glitchentfernung
- Erzeugen eines neuen Bildes durch rechnerische Verknüpfung zweier bestehender Bilder
- Erzeugen eines neuen Bildes durch den eindimensionalen Mittelwert-Filter
- Erzeugen eines neuen Bildes durch den bearbeitbaren zweidimensionalen Mittelwert-Filter
- Erzeugen eines neuen Bildes durch den zweidimensionalen Median-Filter
- Generieren von SXM-Testbildern
- Erzeugen eines neuen Bildes nach Anwendung der Drift-Korrektur

calcfft.c Übergabefunktionen zwischen dem Messprogramm und den ausgelagerten Funktionen zur schnellen Fourier-Transformation in *fftdll.dll*.

calcf.it.c Funktionen zum Fitten von Polynomen an Messpunkte. Diese werden für die Tiltkorrekturen höherer Ordnung benötigt.

cfg.c Funktionen zum Auslesen und Schreiben der Konfigurationsdaten in die Windows-Registry und die Behandlung der Dialogboxen zum Festlegen verschiedener Konfigurationswerte.

comcthl.p.h Sammlung hilfreicher Makros zur Erstellung von Benutzerdialogen. Diese stammen von der Microsoft Corp., Redmond, USA.

dialogs.c Zusammenfassung verschiedener Dialogboxen. Im einzelnen sind Funktionen enthalten für:

- den Fehlerausgabe-Dialog
- den Dialog zum Anzeigen von Informationen zum momentan angezeigten Messbild
- den Dialog zum Einstellen der Offset- und Gain-Werte für die Datenanzeige
- den Dialog zur Eingabe von Offset und Gain
- die Koordinatenanzeige in dem Toolbar
- die Fenstergrößenanzeige in dem Toolbar
- den Dialog zur Erstellung von Höhenhistogrammen
- den Dialog zur Anzeige der verbrauchten Systemressourcen
- den Dialog zur Erstellung von Fourier-Transformationen
- den Dialog zur Anzeige der ATrace-Darstellung
- den Dialog zum Erzeugen von Bildern durch rechnerische Verknüpfung zweier bestehender Bilder
- den Dialog zum Erzeugen neuer Bilder durch den eindimensionalen Mittelwert-Filter
- den Dialog zum Erzeugen neuer Bilder durch den bearbeitbaren zweidimensionalen Mittelwert-Filter
- den Dialog zum Erzeugen neuer Bilder durch den zweidimensionalen Median-Filter
- die Anzeige des Wartebalkens
- den Dialog zum Generieren von SXM-Testbildern

data.c Auslesen von Messwerten aus der Datenmatrix einer Messung und Manipulation der Messwerte. Hier wird u.a. die Tiltkorrektur durchgeführt.

dib.c Erzeugung der zweidimensionalen Darstellung aus den Messdaten.

- dlgglitch.c** Dialogboxen zur punkt- bzw. zeilenweisen Entfernung von Glitches.
- dlghead.c** Dialogbox zur freien Bearbeitung von Header-Daten der aktiven Messdatei.
- dlgimg3d.c** Dialogbox der alten 3D-Ansicht.
- dlglidsav.c** Alle Dialogfunktionen, die das Laden und Speichern von Daten und Bildern betreffen.
- dlgnew3d.c** Dialogbox der neuen 3D-Darstellung.
- dlgpal.c** Dialogboxen zur Auswahl und Modifizierung von Farbpaletten für die Datenanzeige.
- dlgroi.c** Dialogbox zum Setzen der Region of Interest.
- dlgrough.c** Dialogbox für die Rauheitsanalyse.
- dlgtilt.c** Dialogbox für die Tiltkorrektur.
- dlgxsect.c** Dialogbox zur Cross-Section-Anzeige.
- hdf.c** Aufrufe der externen HDF-Bibliothek zum Laden von Park-Autoprobe-CP-Messdateien.
- histogram.c** Darstellung von Höhenhistogrammen.
- image2d.c** Zweidimensionale Datendarstellung.
- image3d.c** Alte 3D-Ansicht. Die neuen Routinen zur 3D-Darstellung befinden sich in *new3d.c*.
- init.c** Initialisierung der globalen Variablen.
- list.c** Darstellung des Protokollfensters und Funktionen für Interaktionen mit diesem.
- main.c** Zentrale Call-Back-Funktionen und alle Programmteile, die unmittelbar nach Programmstart ausgeführt werden.
- misc.c** In dieser Datei sind alle Funktionen untergebracht, die nicht klar einer bestimmten Funktionalität zuzuordnen sind.
- new3d.c** Generierung und Anzeige der 3D-Datendarstellung.
- ogl3d.c** Unvollendetes Grundgerüst zur dreidimensionalen Datendarstellung mit Hilfe der *OpenGL*-Grafikbibliothek.
- overview.c** Anzeige der Dateiübersicht und Generierung der Cachedateien.

park.c Laden und Speichern der LIF-Dateien von Park-Universal-Messsystemen. Die Grundlagen hierzu stammen von Matthias Müller.

park.h Zum Speichern von LIF-Dateien benötigte Datenfelder.

preview.c Darstellung der Dateivorschau.

rough.c Berechnung von Rauheitswerten.

save.c Speichern der Anzeige in den diversen Grafikformaten, Laden und Speichern von SXM-Zusammenstellungen, Aufbereitung neugeladener Messdaten und Speichern der Messwerte als Datentabelle.

skeleton.c Beispieldatei für neu hinzuzufügende Darstellungen und Dialoge.

sxmedit.h Zentrale Include-Datei. Auf die darin enthaltenen Definitionen und Deklarationen wird von allen anderen Quellcode-Dateien zurückgegriffen.

- Import der benötigten Include-Dateien
- Definitionen von Makros und Konstanten
- Typendeklarierung
- Vereinbarungen der verwendeten Datenstrukturen
- Deklarierung der globalen Variablen
- Prototypen der exportierten Funktionen der einzelnen Quellcode-Dateien

sxmfile.c Laden und Speichern der SXM-Dateien des Eigenbausystems.

toolbar.c Anzeige des Toolbars.

xsection.c Darstellungen von Cross-Sections.

winvalues.h Automatisch generiertes Include-File mit Definition der Objekt-Nummern

fftdll/alloc.c Speicherverwaltung für die Fourier-Transformationsfunktionen.

fftdll/fft.h Include-Datei, welche die Prototypen der durch die FFT-Bibliothek zur Verfügung gestellten Funktionen enthält.

fftdll/fft8g.c Eindimensionale Fourier-Transformation.

fftdll/fftxg2d.c Zweidimensionale Fourier-Transformation. Diese greift auf die Funktionen der eindimensionalen Fourier-Transformation zurück.

hdf/* Im Unterverzeichnis *hdf* befindet sich die vorcompilierte HDF-Bibliothek des National Center for Supercomputing Applications sowie die dazugehörigen Include-Dateien.

4.3.3 Nötige Schritte zum Hinzufügen einer weiteren Darstellung

Im Quellcode-Archiv von SXMEdit befindet sich die Datei *skeleton.c*. In dieser ist das Grundgerüst enthalten, das nötig ist, um ein Darstellungsfenster nebst Dialogbox zu realisieren.

Für alle hierzu nötigen Erweiterungen finden sich im Quelltext elementare Beispiele für das Skeleton-Fenster, d.h. eine Suche nach “Skeleton” zeigt alle Stellen auf, an denen Anpassungen vorgenommen werden müssen. Um zukünftige Erweiterungen jedoch zu erleichtern, wird in der folgenden Auflistung gezeigt, welche Schritte nötig sind, um ein fiktives Darstellungsfenster “Neu” mit dazugehöriger Dialogbox hinzuzufügen.

- Umkopieren von *skeleton.c* in eine neue Datei *neu.c* und Anpassen der Variablen- und Funktionsnamen. In dieser Datei befinden sich sowohl die Funktionen zur Darstellung des Fensterinhalts als auch zur Behandlung der Dialogbox.
- Ergänzen der neu hinzugekommenen Funktionsprototypen aus der soeben angelegten Datei in der zentralen Include-Datei *sxmedit.h*. In der gleichen Datei wird eine Definition für die neue zu dem Fenster gehörige Datenstruktur mit dem Namen `struct neu_s` angelegt und diese über einen Pointer `struct neu_s *neu` zusammen mit dem Window-Handle `HWND hWndNeu` der Struktur `struct image_s` hinzugefügt.
- In der Funktion `ImageLoadInit()` in *save.c* Initialisierungen zu `NULL` der beiden neuen Elemente `neu` und `hWndNeu` ergänzen.
- Im Ressourcen-Editor eine neue Dialogbox mit dem Namen “*DIALOG_NEU*” erzeugen. Die Namen der darin befindlichen Elemente haben jeweils mit “*IDC_NEU_*” zu beginnen, damit eine einheitliche und übersichtliche Struktur gewährleistet ist.
- In der Funktion `InitApplication()` in *main.c* einen Abschnitt zur Registrierung der neuen Fensterklasse “*NeuClass*” ergänzen.
- In der Funktion `TitleSet()` in *misc.c* die Zuordnung von Klassenname “*NeuClass*” zu anzuzeigendem Titel “*Neu*” im Kindfenster hinzufügen.
- In der Funktion `getimage()` in *misc.c* einen Vergleich auf das neue Kindfenster `hWndNeu` ergänzen.
- Der Struktur `struct cfg_s` in *sxmedit.h* eventuell nötige permanente Konfigurationsvariablen hinzufügen. In *cfg.c* in den Funktionen `CfgRead()` und `CfgWrite()`

die nötigen Schritte zum Einlesen bzw. Schreiben dieser Variablen hinzufügen. Bei Bedarf können auch das Dialogfenster “*DIALOG_PREFERENCES2*” und die zugehörige Funktion `Cfg2Dialog()` (ebenfalls in *cfg.c*) um Bedienelemente zum Konfigurieren dieser Variablen erweitert werden.

- Damit ein automatisches Neuzeichnen des Fensterinhalts durchgeführt werden kann, wenn sich die darin dargestellten Daten ändern, wird den Redraw-Flags in *sxmedit.h* ein weiteres in der Form “*REDRAW_xx nnnnn*” hinzugefügt, wobei *xx* ein zweistelliges Kürzel für das neue Fenster (z.B. “*NU*” für “*NEU*”) und *nnnnn* die nächste unbesetzte Zahl 2^n sind. Diese Definition wird auch der Liste “*REDRAW_ALL*” und je nach Bedarf der Redraw-Flag-Variablen zu Beginn der einzelnen Dialog-Prozeduren hinzugefügt. Zusätzlich muss noch in dem Dispatcher unter “*IDM_WINDOW_REDRAW*” in der Funktion `HandleCommand()` in *main.c* eine passende Nachrichten-Weiterleitung ergänzt werden.
- Und final kann der “*SXMEdit*”-Menü-Ressource noch ein Punkt zum Aufruf der neuen Funktion hinzugefügt werden. Entsprechend muss in der Funktion `HandleCommand()` in *main.c* ein case eingefügt werden, der diese Nachricht behandelt. Soll die Funktion nur zur Verfügung stehen, wenn ein Messbild geladen ist, muss darüber hinaus in der gleichen Datei in `MenuActivateImage()` eine passende Zeile mit `EnableMenuItem()` hinzugefügt werden.

5 Rauheitsanalyse von Oberflächen dünner Metallinselnfilme

5.1 Einleitung und Motivation

Die topographische Struktur von Oberflächen beeinflusst eine Vielzahl physikalischer Phänomene, wie beispielsweise die katalytische Aktivität, das Benetzungsverhalten, die Bildung von Kontaktflächen und das Wachstum dünner Filme. Eine quantitative Beschreibung von Oberflächen ist mit Hilfe der Rauheitsanalyse möglich.

Die Rastersondenmikroskopie ermöglicht die Charakterisierung von Oberflächen im Bereich von wenigen Ångström bis zu vielen μm . Da es die Rastersondenmikroskopie – im Gegensatz zu vielen anderen Mikroskopietechniken – gestattet, reale dreidimensionale Daten digital aufzunehmen, lässt sich eine automatisierte mathematische Auswertung durchführen.

Bei Einsatz von hinreichend feinen Spitzen können mit dem Rasterkraftmikroskop sehr genaue Rauheitsmessungen erzielt werden. Es wurde gezeigt, dass der Fehler des arithmetischen Mittenrauheitswerts R_a (siehe Abschnitt 5.2.1.2) und des quadratischen Mittenrauheitswerts R_q (siehe Abschnitt 5.2.1.3) unter 15% liegt, wenn der Radius der wichtigsten Oberflächenmerkmale mehr als doppelt so groß ist wie der Radius der Messspitze [61]. Bei der Untersuchung von Oberflächen mit feineren Strukturen kommt es allerdings durch den Einfluß des Messspitzenradius zu einer deutlichen Verfälschung, welche sich auch auf weitergehende Auswertungen auswirkt [62]. Der Spitzeneinfluss lässt sich allerdings durch geeignete Methoden herausrechnen [63].

In diesem Kapitel werden verschiedene Rauheitsberechnungsmethoden auf AFM-Messbilder von verschiedenen Metallinselnfilmen angewandt und einander gegenübergestellt. Neben der Berechnung von Rauheitswerten, die keine lateralen Informationen liefern, wird auch eine fraktale Analyse der Messdaten vorgenommen, um Auskunft über die typische Größe der Oberflächenstrukturen zu erhalten. Darüber hinaus werden neue längenabhängige Rauheitswerte definiert und exemplarisch auf einzelne Messungen an-

gewandt. Die Messungen hierzu wurden mit dem Park-Universal-Rasterkraftmikroskop durchgeführt.

5.2 Übersicht über die verschiedenen Rauheitskennwerte

5.2.1 Definitionen von Rauheitskennwerten entlang eindimensionaler Messstrecken

5.2.1.1 Einleitung

Die meisten der hier erläuterten Rauheitskennwerte [64] [65] wurden ursprünglich für die Auswertung von Rauheitsmessungen durch Profilometer entwickelt. Diese tasten eine Oberfläche entlang einer eindimensionalen Linie mit ähnlicher Funktionsweise wie der eines Rasterkraftmikroskops ab, jedoch auf makroskopischer Skala. Profilometer werden insbesondere im Bereich der Materialprüfung und Qualitätssicherung eingesetzt. Deshalb rührt der Ursprung vieler Rauheitsgrößen aus dem ingenieurtechnischen Umfeld her.

Jede der Raugrößen beschreibt andere Eigenschaften, so dass nicht ein einzelner Wert die Oberflächenrauheit dokumentieren kann, sondern je nach gewünschter Aussage die passende Größe gewählt werden muss.

Insbesondere ist festzuhalten, dass alle hier beschriebenen Rauheitskennwerte ansich nur Aussagen über topographische und nicht über laterale Eigenschaften zulassen. Große Höhenänderungen auf kurzer Distanz können zu denselben Rauheitswerten führen wie gleich große Höhenänderungen auf großer Distanz [66]. Zur Ermittlung der Längenabhängigkeiten von Oberflächenstrukturen sind weitergehende Untersuchungen nötig (siehe Abschnitte 5.5 und 5.6), welche aber durchaus auf den hier genannten Rauheitskennwerten aufbauen können.

In den folgenden Abschnitten werden die Rauheitskennwerte anhand einer zweidimensionalen Messung, nämlich der Aufzeichnung von Höhendaten entlang einer Messstrecke, erläutert. Hierbei wird bei insgesamt N Messpunkten an jedem Messpunkt i ein Höhenwert h_i aufgezeichnet.

5.2.1.2 Arithmetischer Mittenrauwert R_a

Der arithmetische Mittenrauwert R_a beschreibt den mittleren Abstand der Höhe h von dem Mittelwert \bar{h} der Höhenverteilung.

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |h_i - \bar{h}| \quad (5.1)$$

5.2.1.3 Quadratischer Mittenrauwert R_q , R_s oder RMS

Der quadratische Mittenrauwert R_q wird aufgrund seiner großen Verbreitung in der Physik häufig vereinfacht als Rauheit bzw. "Roughness" referenziert. Wegen seiner mitteln Eigenschaft ist er unempfindlich gegenüber einzelnen Ausreißern bei den Messdaten. Deshalb bietet er sich als Grundlage für weitergehende Auswertungen an.

Der Vorteil des quadratischen Mittenrauwertes ("vertical root-mean-square roughness") liegt nicht nur in seiner Einfachheit, sondern auch in seiner statistischen Relevanz. Da er die Standardabweichung der Höhenwerte darstellt, beschreibt er die Verteilung der Höhe h um ihren Mittelwert \bar{h} . Für Oberflächen mit einer Gauss'schen Höhenverteilung entspricht der R_q -Wert der Differenz zwischen den Höhen der 5%- und 95%-Perzentile geteilt durch 3.29.

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (h_i - \bar{h})^2} \quad (5.2)$$

5.2.1.4 Gemittelte Rautiefe R_z nach DIN

Zur Bestimmung der gemittelten Rautiefe R_z nach DIN 4768 wird die Messstrecke in fünf gleichlange Teile j unterteilt. Innerhalb jeder Teilstrecke j wird jeweils die Höhendifferenz zwischen dem höchsten Punkt h_{pj} und dem tiefsten Punkt h_{vj} ermittelt. Das Mittel dieser fünf Höhendifferenzen ergibt die gemittelte Rautiefe.

$$R_{zDIN} = \frac{\sum_{j=1}^5 (h_{pj} - h_{vj})}{5} \quad (5.3)$$

5.2.1.5 Gemittelte Rautiefe R_z nach ISO

Die gemittelte Rautiefe R_z nach ISO 4287/1, auch als “ten point height” bezeichnet, beschreibt das Mittel der Höhendifferenzen zwischen den fünf höchsten Punkten h_{pk} und den fünf tiefsten Punkten h_{vk} entlang der Gesamtstrecke. Bei stark verrauschten Messungen ist die Aussagekraft dieser Größe recht gering.

$$R_{zISO} = \frac{\sum_{k=1}^5 h_{pk} - \sum_{k=1}^5 h_{vk}}{5} \quad (5.4)$$

5.2.1.6 Maximale Rautiefe R_{max}

Zur Ermittlung der maximalen Rautiefe R_{max} wird die Messstrecke – wie bereits bei der gemittelten Rautiefe R_z nach DIN – in fünf gleichlange Abschnitte j eingeteilt. In jedem dieser Abschnitte wird die Höhendifferenz jeweils zwischen dem höchsten Messpunkt h_{pj} und dem tiefsten Messpunkt h_{vj} ermittelt. Die größte dieser fünf Höhendifferenzen entspricht der maximalen Rautiefe. Der Quotient R_{max}/R_{zDIN} gibt Auskunft darüber, wie weit eventuelle Ausreisser aus dem allgemeinen Niveau des Profils herausfallen.

$$R_{max} = h_{pj} - h_{vj} \quad (5.5)$$

j steht für den Abschnitt mit der größten Höhendifferenz.

5.2.1.7 Rautiefe R_t

Die Rautiefe R_t ist die Differenz zwischen dem höchsten Punkt h_p und dem tiefsten Punkt h_v einer Messung. Dieser Wert reagiert allerdings sehr sensitiv auf Spikes und andere Störungen. Bei zufälligen Ereignissen ist keinerlei Aussage über die eigentlichen Oberflächeneigenschaften möglich. Deshalb ist er in der Praxis nur noch wenig gebräuchlich. Im englischen Sprachraum taucht diese durch ISO 4287/1 normierte Größe unter der Bezeichnung “peak-peak height” auf.

$$R_t = h_p - h_v \quad (5.6)$$

5.2.1.8 Schräge R_{sk}

Die Schräge gibt Auskunft über die Asymmetrie des Höhenverteilungsdiagramms. Bei einer symmetrischen Verteilung, wie beispielsweise bei einer Gaussverteilung, ist $R_{sk} = 0$. Eine Schräge kleiner als Null deutet auf eine flache Oberfläche mit Vertiefungen hin, ein Wert größer als Null kann aus Erhöhungen resultieren. Ist der Betrag von R_{sk} deutlich größer als 1, können extrem große Löcher in oder Spitzen auf der Oberfläche die Ursache sein. Die im englischen als “surface skewness” bezeichnete Schräge ist durch ISO 4287/1 normiert.

$$R_{sk} = \frac{1}{N \cdot R_q^3} \sum_{i=1}^N (h_i - \bar{h})^3 \quad (5.7)$$

Hierbei ist R_q der durch (5.2) definierte quadratische Mittenrauwert.

5.2.1.9 Kurtosis R_{ku}

Die Kurtosis beschreibt die Hügeligkeit einer Oberfläche. Bei einer ausreichenden Anzahl von betrachteten Werten nähert sie sich für ein gaussverteiltes Höhenprofil dem Wert 3.0 an. Kleinere Werte deuten auf eine breitere und größere Werte auf eine schmalere Verteilungsfunktion hin. Die Kurtosis ist durch die Norm ANSI B.46.1 festgelegt.

$$R_{ku} = \frac{1}{N \cdot R_q^4} \sum_{i=1}^N (h_i - \bar{h})^4 \quad (5.8)$$

Auch hier ist R_q der quadratische Mittenrauwert nach (5.2).

5.2.1.10 Weitere Rauheitskennwerte

Neben den bisher aufgeführten Größen existieren noch weitere Rauheitskennwerte, wie z.B. die Glättungstiefe R_p , die gemittelte Glättungstiefe R_{pm} oder die Profiltiefe P_t . Diese Größen drücken allerdings für rastersondenmikroskopische Belange keine nutzbare Information aus, so dass sie hier nicht näher erläutert werden.

In [67] und [68] werden weitergehende, neuentwickelte Rauheitsgrößen beschrieben, die insbesondere im dreidimensionalen Raum Auskunft über Lage, Ausrichtung und Form von Oberflächenstrukturen geben. Beispielsweise lässt sich mit Hilfe der “Texture Direction” R_{td} der Winkel der vorherrschenden Struktur einer Oberfläche und mit dem

“Texture Direction Index” R_{tdi} der Anteil dieser Struktur an der Gesamtoberfläche beschreiben. Da bei den vorliegenden Messungen aufgrund der Art der Probenherstellung keine Richtungsabhängigkeiten der Oberflächenstrukturen existieren, sind derartige Untersuchungen im Rahmen dieser Diplomarbeit nicht relevant.

5.2.2 Definitionen von Rauheitskennwerten auf zweidimensionalen Flächen

Für die Analyse von Rauheiten von Oberflächen ist es sinnvoll, die durch die Orte i entlang einer Strecke und die dazugehörigen Höhen h_i bestimmten zweidimensionalen Rauheitskennwerte auf drei Dimensionen zu erweitern. Hierzu werden für jeden Punkt $[x, y]$ in einer Matrix mit $X \cdot Y$ Feldern Höheninformationen $h_{x,y}$ ermittelt. Die Messpunkte auf der Oberfläche sind äquidistant verteilt. Es wird angenommen, dass die x-Richtung der schnellen Scanrichtung bei der Aufnahme der Daten entspricht.

Im Folgenden wird formelmäßig beschrieben, wie die Rauheitskennwerte auf drei Dimensionen zu erweitern sind.

Arithmetischer Mittenrauwert R_a

$$R_a = \frac{1}{X \cdot Y} \sum_{y=1}^Y \sum_{x=1}^X |h_{x,y} - \bar{h}| \quad (5.9)$$

Quadratischer Mittenrauwert R_q , R_s oder RMS

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{X \cdot Y} \sum_{y=1}^Y \sum_{x=1}^X (h_{x,y} - \bar{h})^2} \quad (5.10)$$

Gemittelte Rautiefe R_z nach DIN Die Messpunkt-Matrix wird in fünf zur y-Achse parallele Bahnen j aufgeteilt. In jeder dieser Bahnen werden der höchste Punkt h_{pj} und der tiefste Punkt h_{vj} ermittelt.

$$R_{zDIN} = \frac{\sum_{j=1}^5 (h_{pj} - h_{vj})}{5} \quad (5.11)$$

Gemittelte Rautiefe R_z nach ISO Es werden die fünf höchsten Punkte h_{pk} und die fünf tiefsten Punkte h_{vk} auf der Gesamtfläche bestimmt.

$$R_{zISO} = \frac{\sum_{k=1}^5 h_{pk} - \sum_{k=1}^5 h_{vk}}{5} \quad (5.12)$$

Maximale Rautiefe R_{max} Entsprechend der Ermittlung von R_{zDIN} wird auch hier die Messfläche in fünf parallele Bahnen aufgeteilt. Die Bahn j mit der größten Höhendifferenz bestimmt die maximale Rautiefe.

$$R_{max} = h_{pj} - h_{vj} \quad (5.13)$$

Rautiefe R_t Zur Berechnung der Rautiefe wird der höchste Punkt h_p und der tiefste Punkt h_v auf der Gesamtfläche ermittelt.

$$R_t = h_p - h_v \quad (5.14)$$

Schräge R_{sk}

$$R_{sk} = \frac{1}{X \cdot Y \cdot R_q^3} \sum_{y=1}^Y \sum_{x=1}^X (h_{x,y} - \bar{h})^3 \quad (5.15)$$

Kurtosis R_{ku}

$$R_{ku} = \frac{1}{X \cdot Y \cdot R_q^4} \sum_{y=1}^Y \sum_{x=1}^X (h_{x,y} - \bar{h})^4 \quad (5.16)$$

5.3 Erzeugung der Goldinseln

Die Rauheitsanalysen wurden an Goldinseln verschiedener Dicke durchgeführt. Zu ihrer Herstellung wurde Gold im Vakuum auf Glasplättchen (Objektträger aus der optischen Mikroskopie) aufgedampft. Innerhalb der Aufdampfvorrichtung befindet sich eine Kupferwanne, welche von einem Strom von mehreren hundert Ampère durchflossen und in der das zu verdampfende Gold aufgeschmolzen wird. Im Behälter herrscht ein so hohes Vakuum, dass sich die mittlere freie Weglänge des Restgases in der Größenordnung des Gefäßes bewegt. Deshalb kann die aufgeschmolzene Goldprobe als radial abstrahlende Quelle angesehen werden.

Der Schichtdickenzuwachs wird mit Hilfe eines Schwingquarzes bestimmt, der im Aufdampfbehälter in Probennähe montiert ist. Aufgrund der Massenzunahme durch das aufgedampfte Material verschiebt sich die Resonanzfrequenz des Schwingquarzes. Nach entsprechender Eichung können hiermit die Zuwachsrate und die resultierende Schichtdicke bestimmt werden.

Während eines Aufdampfvorganges wurden mehrere Glasplättchen, die in dem Aufdampfbehälter nebeneinander angeordnet waren, gleichzeitig bedampft. Diese wurden nacheinander zu vorher bestimmten Zeitpunkten durch einen Shutter abgedeckt, so dass sie verschieden lange Zeiten dem direkten Golddampfstrahl ausgesetzt waren. Damit

konnten innerhalb eines Aufdampfvorganges Proben mit verschiedenen Schichtdicken erzeugt werden.

Da die einzelnen Proben aus konstruktiven Gründen in einem leicht unterschiedlichen Abstand zur Materiequelle befestigt waren, was jedoch durch einen geometrischen Korrekturfaktor berücksichtigt wurde, und da die Aufdampftrate mit $2 \text{ \AA}/\text{sec}$ recht hoch war, kann nicht garantiert werden, dass die einzelnen Proben exakt die gewünschte Schichtdicke besitzen. Ein Fehler von bis zu 50% ist möglich.

5.4 Auswertungen ohne Längenabhängigkeiten

5.4.1 Rauheitsanalyse auf Goldinseln

Zur Untersuchung lagen vier Goldinseln mit nominellen Goldschichtdicken von 650 Ångström (Probe 650), 400 Ångström (Probe 400), 200 Ångström (Probe 200) und 100 Ångström (Probe 100) vor.

Die vier Goldinseln wurden mit dem in Abschnitt 5.3 beschriebenen Aufdampfverfahren erzeugt. Während die Proben 400, 200 und 100 im Rahmen dieser Arbeit entstanden, stammt die Probe 650 aus Messungen zur Diplomarbeit von Harald Beyer [70], der die Probenoberfläche bereits 1997 mit Methoden aus der Turbulenzforschung beurteilte.

Die Abbildungen 5.1 bis 5.4 geben die Messbilder der vier unterschiedlichen Goldinseln wieder. Von jeder Probe wurden jeweils sechs Messbilder an verschiedenen Stellen der Oberfläche mit einer Scandfeldgröße von $500 \text{ nm} \cdot 500 \text{ nm}$ aufgenommen. Bei dieser Vergrößerung in Verbindung mit einer Auflösung von $512 \cdot 512$ Pixeln können theoretisch Strukturen bis zur Größenordnung von 1 nm abgebildet werden. In der Praxis ist die Ortsauflösung aber durch den Radius der Messspitze beschränkt.

Da eine genaue Höhennormierung die Voraussetzung ist, um vergleichbare Ergebnisse zu erzielen, wurde der Scanner mit Hilfe eines Silizium-Testgitters der Firma SiliconMDT vor jeder Messsession geeicht. Diese zertifizierten Testproben besitzen auf einer Fläche von $3 \text{ mm} \cdot 3 \text{ mm}$ parallele Strukturen mit einer definierten Höhe von 25.5 nm bzw. 104 nm mit einer Abweichung von weniger als 3% von dem Sollwert [69].

Die eigentlichen Messungen fanden im geregelten Modus statt, da nur so Bilder mit korrekten Höheninformationen gewonnen werden können. Die Scanfrequenz wurde mit $0.7 - 2.0 \text{ Hz}$ sehr niedrig gewählt, so dass für den Regelkreis eine hohe Zeitkonstante eingestellt werden konnte. Dies war nötig, da der Regelkreis des verwendeten Park-Universal-Messsystems bei kleinen Zeitkonstanten und einer Auflösung von $512 \cdot 512$ Punkten leicht zu Schwingungen neigt. Zum Teil konnten diese auch in den vorliegenden Aufnahmen

nicht vollständig vermieden werden. Sie äußern sich in einem leichten Nachschwingen, im Bild als hochfrequentes Hell-Dunkel-Muster erkennbar, insbesondere nach hohen Kanten.

Aus den Messdaten jeder der sechs Einzelaufnahmen der vier Proben wurden die Rauheitswerte ermittelt. In den Tabellen 5.1 bis 5.4 sind zu jeder Einzelaufnahme jeweils die sechs wichtigsten Rauheitsdaten (R_a , R_q , R_{zDIN} , R_{zISO} , R_{max} und R_t) aufgeführt. Die Abfolge der Einzelmessungen in den Tabellen entspricht der Abfolge auf den zugehörigen Abbildungen 5.1 bis 5.4 (erste und zweite Zeile, jeweils von links nach rechts). Aus den Daten der sechs Teilaufnahmen einer Probe wurden die Mittelwerte und die Standardabweichungen für jeden Rauheitskennwert berechnet.

Alle Rauheitswerte weisen für die Probe 650 übereinstimmend die glatteste Oberfläche aus, danach folgt die Probe 100, während die Proben 400 und 200 deutliche rauere Oberflächen besitzen.

Die **Probe 650** (Abbildung 5.1) wurde bereits 1997 erzeugt und danach unter Raumbedingungen aufbewahrt. Mit großer Wahrscheinlichkeit hat dies zu einer Veränderung der Oberflächenbeschaffenheit gegenüber ihrem Entstehungszustand geführt. Einerseits können thermisch bedingte Umlagerungsprozesse die Clusterdimensionen verändert, andererseits können sich Fremdstoffe auf der Oberfläche angelagert haben.

In [71] wird gezeigt, dass es durch Erwärmung auf niedrige Temperaturen (50° C, 100° C) bei Goldclustersystemen in Folge der Ostwaldreifung innerhalb von wenigen Stunden zu einem Wachstum einzelner Cluster in Bezug auf Durchmesser und Höhe kommt. Es ist durchaus denkbar, dass ein ähnlicher Prozess bereits bei Raumtemperatur auf einer größeren Zeitskala zu einem vergleichbaren Ergebnis führt.

Nach [71] wandert durch Diffusionsprozesse Materie von kleinen Clustern zu größeren Clustern. Dies würde zwar die großflächigen Strukturen erklären, jedoch nicht die geringe Höhe der einzelnen Cluster. Allerdings ist darauf hinzuweisen, dass die in der Literatur beschriebenen Goldinseln auf einem sehr glatten Si(111)-Substrat aufgebracht waren. Dieses System kann ein deutlich anderes Verhalten zeigen, als die hier untersuchten Goldinseln auf Glas.

An allen Rauheitskennwerten der Probe 650 (Tabelle 5.1) ist deutlich erkennbar, dass dieser Goldinselnfilm eine sehr homogene Höhenverteilung besitzt. Der quadratische Mittenrauwert R_q ist mit ca. 11 Ångström im Vergleich zur Schichtdicke sehr gering. Die kleine Standardabweichung der Rautiefe R_t , also der Höhenunterschied zwischen dem höchsten und dem tiefsten Messpunkt, bei den Einzelmessungen zeigt, dass die Oberfläche des Films über keine einzelnen, extremen Höhengausreisser verfügt.

Die relativ glatte Oberfläche der Probe 650 deutet darauf hin, dass sich Verunreinigungen auf der Filmoberfläche und dabei insbesondere zwischen den Clustern angelagert haben. Ein solcher Effekt würde zur Glättung der ehemals raueren Struktur führen.

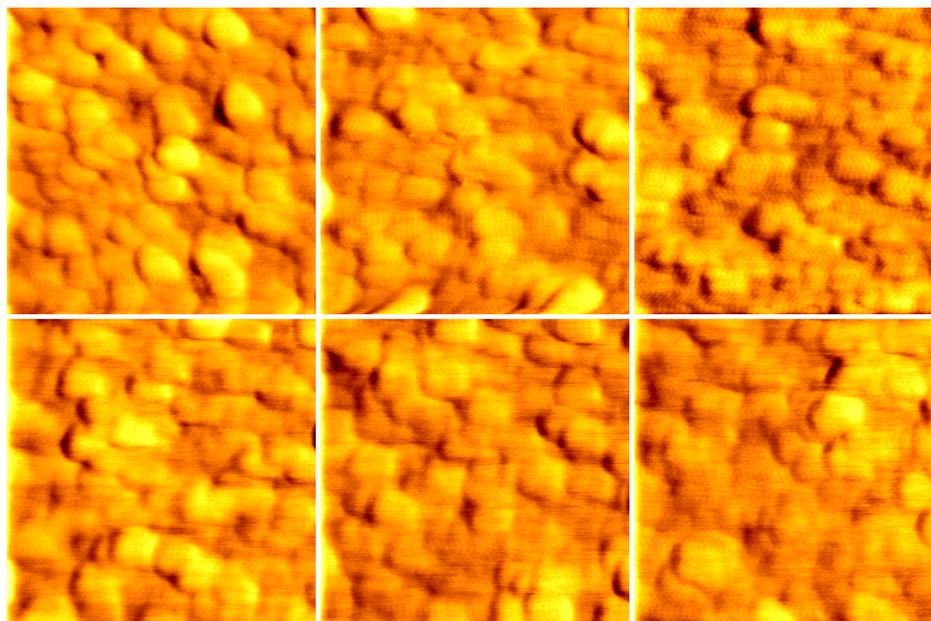


Abbildung 5.1: Sechs Einzelaufnahmen des 650 Ångström dicken Goldinselnfilms auf Glas (Probe 650) (geregelt Messung mit Scanfeldgröße 500 nm · 500 nm; Auflösung 512 · 512 Pixel; Park-Microlever E)

Messung	R_a Å	R_q Å	R_{zDIN} Å	R_{zISO} Å	R_{max} Å	R_t Å
R99022204	9.83	12.66	95.04	85.32	112.72	133.98
R99022206	8.49	11.07	87.68	104.42	131.62	138.37
R99022210	8.15	10.47	79.92	87.75	91.12	105.30
R99022212	8.33	10.77	78.90	95.58	115.76	123.18
R99022214	8.87	11.66	83.97	89.81	116.77	116.77
R99022215	8.36	10.81	74.45	87.81	101.58	116.77
Mittelwert	8.68	11.25	83.33	91.79	111.60	122.40
Standardabw.	0.61	0.80	7.30	7.10	13.90	12.21

Tabelle 5.1: Vergleich der Rauheitskennwerte des Goldinselnfilms mit 650 Ångström Dicke (Probe 650)

Die Einzelaufnahmen der **Probe 400** (Abbildung 5.2) und der **Probe 200** (Abbildung 5.3) zeigen sehr ähnliche, gleichmäßig und fein verteilte Strukturen. Die Rauheitskennwerte (Tabellen 5.2 und 5.3) legen offen, dass beide Proben sehr große Rauheit auszeichnen. Die quadratischen Mittenrauwerte R_q sind ungefähr drei mal so groß wie bei Probe 650.

Probe 200 weist im Vergleich zu Probe 400 nochmals eine größere Rauheit auf. Dennoch sind die Standardabweichungen von R_a und R_q praktisch gleich groß. Dies deutet darauf hin, dass beide Proben sehr gleichartige Oberflächenstrukturen haben, die sich gleichmäßig wiederholen. Dies wird durch die Messbilder bestätigt: Zwischen den Goldclustern mit geringen Durchmessern (35 bis 50 nm) befinden sich tiefe Gräben.

Beide Proben sind kurz nach ihrer Entstehung vermessen worden. Somit können Diffusions- oder Verunreinigungseffekte weitgehend ausgeschlossen werden. Messbilder und Rauheitskennwerte beschreiben somit den Probenzustand nach der Erzeugung. Es dominieren stengelig wachsende Goldcluster, die von ihren Keimen ausgehend nebeneinander stehend die Substratfläche bedecken. Längen- und Durchmesserwachstum sind für alle Cluster einer Probe sehr ähnlich.

Die extrem großen Rauheitswerte R_{max} und R_t der Probe 200 deuten darauf hin, dass die Zwischenräume der auf der Substratfläche nebeneinander angeordneten Cluster frei sind. Erst bei einer größeren Schichtdicke, wie bei Probe 400, nehmen die Rauheitswerte ab. Das bedeutet, dass bei dem fortschreitenden Aufdampfungsprozess nicht nur die Cluster weiterhin in die Höhe wachsen, sondern auch die Zwischenräume zwischen den Clustern zunehmend aufgefüllt werden.

Da die erste Einzelaufnahme (R99030324, links oben) der Probe 400 mit Bildartefakten versehen ist, die sich deutlich auf die Rauheitswerte auswirken, wurden die gemittelten Rauheitswerte zusätzlich ohne Berücksichtigung dieser Einzelaufnahme berechnet. Bei weiteren Auswertungen wird diese Aufnahme ebenfalls vernachlässigt.

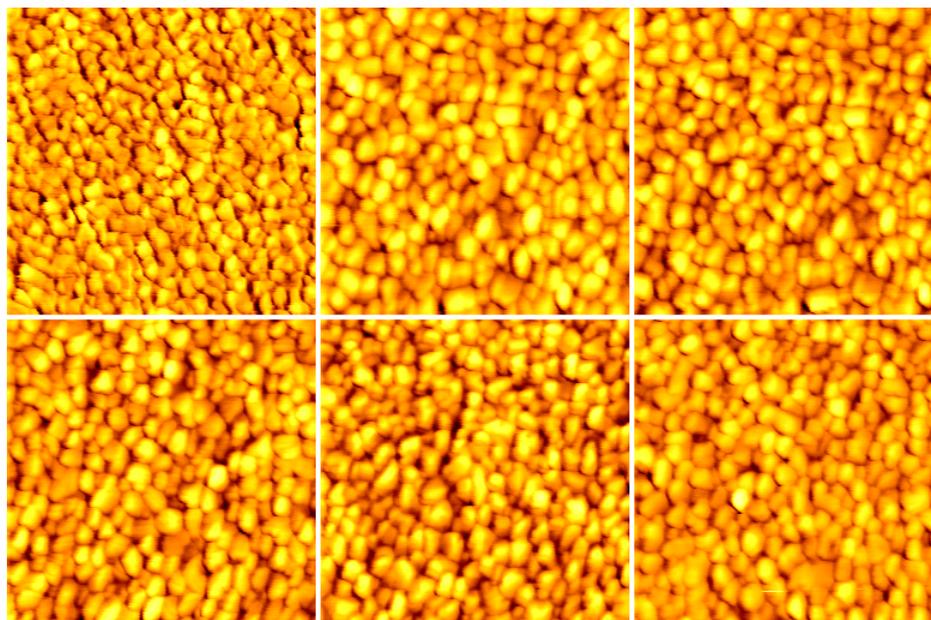


Abbildung 5.2: Sechs Einzelaufnahmen des 400 Å dicken Goldinselnfilms auf Glas (Probe 400) (geregelt Messung mit Scanfeldgröße 500 nm · 500 nm; Auflösung 512 · 512 Pixel; Park-Microlever D, ausser links oben: Park-Microlever C)

Messung	R_a Å	R_q Å	R_{zDIN} Å	R_{zISO} Å	R_{max} Å	R_t Å
R99030324	34.43	43.42	342.63	259.13	406.35	423.23
R99030325	22.36	27.91	203.24	165.98	227.14	233.55
R99030326	24.37	30.33	224.03	187.65	255.83	280.80
R99030327	23.94	29.84	214.99	149.30	244.69	249.08
R99030328	24.82	30.83	209.66	156.67	232.20	246.38
R99030329	22.37	28.19	223.02	193.43	290.93	290.93
Mittelwert	25.38	31.75	236.26	185.36	276.19	287.33
Standardabw.	4.55	5.83	52.71	40.03	67.69	70.08
Mittelwert ohne R99030324	23.57	29.42	214.99	170.61	250.16	260.15
Standardabw. ohne R99030324	1.14	1.30	8.84	19.24	25.38	24.46

Tabelle 5.2: Vergleich der Rauheitskennwerte des Goldinselnfilms mit 400 Å Dicke (Probe 400)

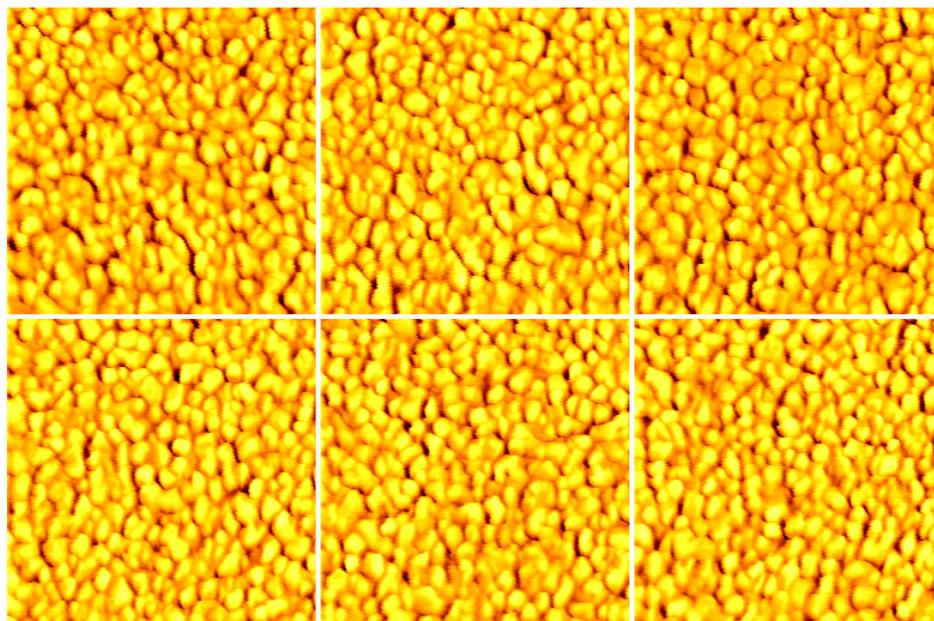


Abbildung 5.3: Sechs Einzelaufnahmen des 200 Ångström dicken Goldinselnfilms auf Glas (Probe 200) (geregelter Messung mit Scanfeldgröße 500 nm · 500 nm; Auflösung 512 · 512 Pixel; Park-Microlever D)

Messung	R_a Å	R_q Å	R_{zDIN} Å	R_{zISO} Å	R_{max} Å	R_t Å
R99030903	28.98	36.53	282.56	217.64	308.14	325.35
R99030904	30.33	37.72	291.13	212.99	314.21	341.89
R99030905	30.41	38.49	299.03	272.16	347.96	408.38
R99030906	29.61	36.78	268.58	219.44	291.60	323.33
R99030907	29.82	37.30	278.44	177.73	292.61	315.90
R99030908	27.56	34.73	266.69	178.27	299.03	317.25
Mittelwert	29.45	36.93	281.07	213.03	308.93	338.68
Standardabw.	1.07	1.29	12.61	34.68	21.06	35.38

Tabelle 5.3: Vergleich der Rauheitskennwerte des Goldinselnfilms mit 200 Ångström Dicke (Probe 200)

Die Goldcluster der **Probe 100** haben – ähnlich wie bei der Probe 650 – vergleichsweise große Durchmesser (Abbildung 5.4). Dieser Goldinselnfilm wurde erst einige Monate nach seiner Erzeugung vermessen. Somit ist es naheliegend, dass auch bei dieser Probe zwischenzeitliche Diffusions- und Verunreinigungseffekte die ursprünglichen Strukturen verändert haben.

Die Rauheitswerte (Tabelle 5.4) weisen auf eine glattere Oberfläche als bei den Proben 200 und 400 hin. Die Probe 100 erreicht jedoch nicht die geringe Rauheit der Probe 650.

Die extrem großen Werte von R_{max} und R_t der Probe 100 in Relation zur Schichtdicke machen deutlich, dass bei dem Goldaufdampfprozess kein gleichmäßiges Schichtwachstum vorliegt, das zu einer das Glassubstrat vollständig bedeckenden Schicht führen würde. Vielmehr stellt die über das Schwingquarzmesssystem ermittelte Schichtdicke einen rechnerischen Mittelwert dar, der eine Aussage über die Menge des aufgedampften Goldes zulässt, aber nicht über dessen lokale Anordnung auf dem Substrat. Die auf den Messbildern erkennbare reale Anordnung in stengeligen Clustern, deren Höhen unter Umständen den nominellen Schichtdickenwert um ein Mehrfaches übersteigen, erklärt den scheinbaren Widerspruch zwischen den gemessenen Werten von R_{max} und R_t und der nominellen Schichtdicke.

Außerdem zeigt eine frühere AFM-Messung auf einem unbeschichteten, gereinigten Glasobjektträger, dass dort topographische Strukturen in der Größenordnung von 50 Å existieren. Da zwischen den Clustern bei der Probe 100 die Substratoberfläche wohl von Goldatomen unbelegt bleibt, wirkt sich hier auch die Rauheit des Glases auf die Messung aus.

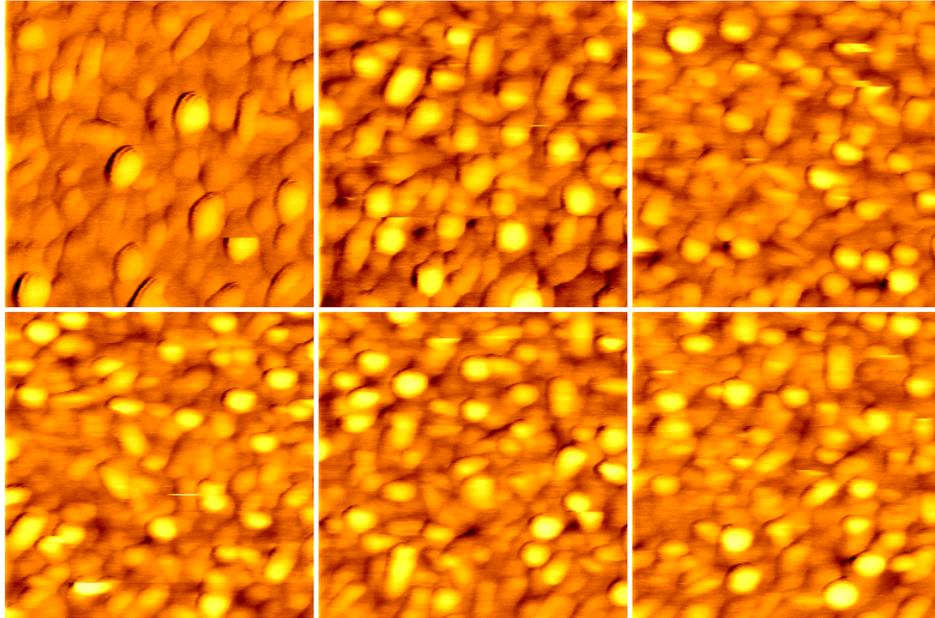


Abbildung 5.4: Sechs Einzelaufnahmen des 100 Ångström dicken Goldinselnfilms auf Glas (Probe 100) (geregelter Messung mit Scanfeldgröße 500 nm · 500 nm; Auflösung 512 · 512 Pixel; Park-Microlever D)

Messung	R_a Å	R_q Å	R_{zDIN} Å	R_{zISO} Å	R_{max} Å	R_t Å
R99110422	17.14	24.61	265.65	254.78	366.56	366.56
R99110425	20.56	26.88	192.86	166.81	195.79	220.80
R99110426	16.31	21.85	184.06	140.99	213.90	232.01
R99110428	16.21	21.36	164.22	156.11	200.10	200.10
R99110429	17.01	22.33	160.43	115.20	169.05	188.89
R99110430	16.60	22.05	161.63	134.92	214.76	214.76
Mittelwert	17.30	23.18	188.14	166.47	226.70	237.19
Standardabw.	1.64	2.14	40.22	49.05	70.50	65.18

Tabelle 5.4: Vergleich der Rauheitskennwerte des Goldinselnfilms mit 100 Ångström Dicke (Probe 100)

5.4.2 Einfluss des Scanwinkels auf die berechneten Rauheitswerte

Um den Einfluß des gewählten Scanwinkels auf die Rauheitswerte zu untersuchen, wurde eine Messserie von zwölf Einzelaufnahmen mit Scanwinkeln von -75° bis 90° bei einer Schrittweite von 15° aufgenommen (Abbildung 5.7). Die Messungen wurden an der Probe 200 mit einer Scanfeldgröße von $1\ \mu\text{m} \cdot 1\ \mu\text{m}$ im geregelten Modus durchgeführt.

Beim Scannen mit unterschiedlichen Scanwinkeln verändert sich die Lage der Cantilever-Längsachse relativ zur schnellen Scanrichtung (Abbildung 5.5 oben). Da die Messspitze nicht senkrecht zur Probenoberfläche steht, sondern leicht zur Längsrichtung des Cantilevers verkippt ist, ändert sich in Abhängigkeit vom Scanwinkel die Lage der Messspitze relativ zur schnellen Scanrichtung und mit ihr auch die Kontaktfläche (Abbildung 5.5 unten).

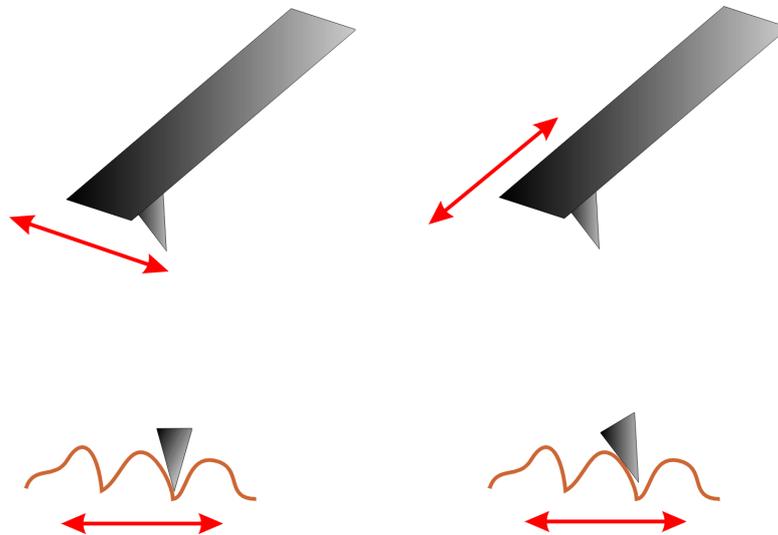


Abbildung 5.5: Schnelle Scanrichtung des Cantilevers relativ zur Probenoberfläche (oben) und Lage der Messspitze relativ zur schnellen Scanrichtung (unten) bei einem Scanwinkel von 0° (links) und 90°

Aus diesem geometrischen Ansatz lässt sich ableiten, dass bei einem Winkel von 0° maximale Höhenunterschiede detektiert werden. Bei dieser Anordnung steht hier die Spitze relativ zur schnellen Scanrichtung senkrecht und kann somit der Oberflächentopographie am besten folgen kann. Um dies zu überprüfen, wurden jeweils die Rauheitswerte für die winkelabhängigen Einzelaufnahmen berechnet (Tabelle 5.5). Die Auftragung von R_a und R_q über dem Scanwinkel (Abbildung 5.6) zeigt ein deutliches Maximum bei der Rauheitswerte im Bereich des Winkels von 0° . Die Asymmetrie der Kurven dürfte

durch Unregelmässigkeiten des Cantileverchips und einem daraus resultierenden leicht verkippten Einbau des Cantileverchips im Messkopf verursacht sein.

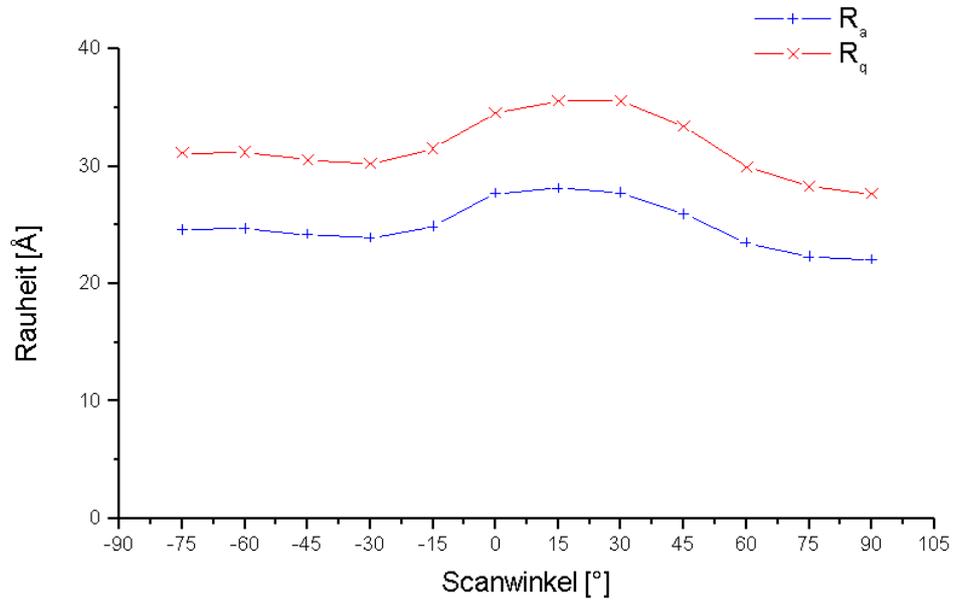


Abbildung 5.6: Einfluss der Scanwinkels auf die Rauheitswerte R_a und R_q

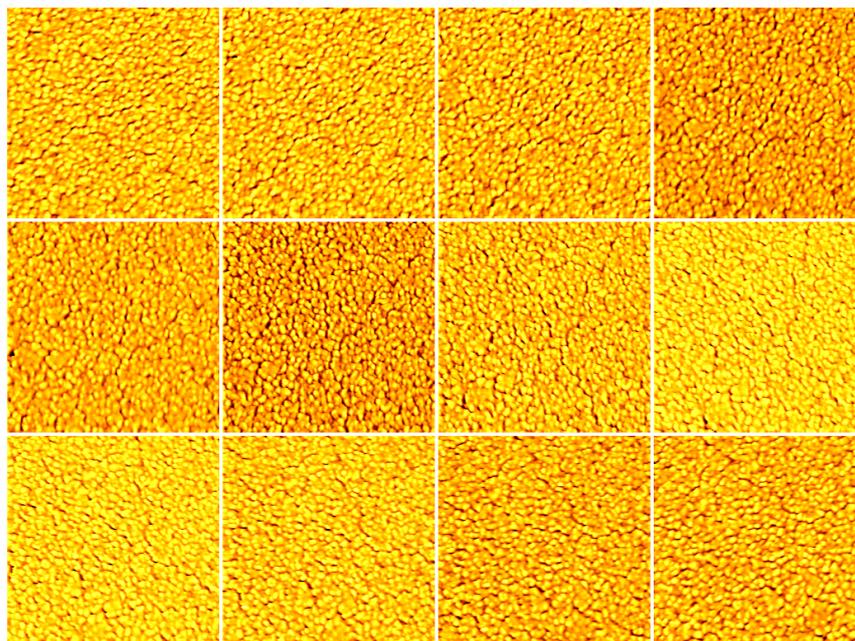


Abbildung 5.7: Einfluss des Scanwinkels auf die Rauheitswerte. Von links nach rechts, obere Reihe: -75° , -60° , -45° , -30° , mittlere Reihe: -15° , 0° , 15° , 30° , untere Reihe: 45° , 60° , 75° , 90° (geregelt Messung mit Scanfeldgröße $1\ \mu\text{m} \cdot 1\ \mu\text{m}$; Auflösung $256 \cdot 512$ Pixel; Park-Microlever D)

Winkel $^\circ$	R_a \AA	R_q \AA	R_{zDIN} \AA	R_{zISO} \AA	R_{max} \AA	R_t \AA
-75	24.58	31.12	290.18	160.92	316.24	316.24
-60	24.67	31.17	280.33	196.36	330.08	334.80
-45	24.21	30.56	260.35	174.31	277.43	291.94
-30	23.93	30.23	250.43	206.62	303.75	330.75
-15	24.85	31.50	266.69	204.48	400.61	400.61
0	27.68	34.51	237.26	204.21	269.33	269.33
15	28.09	35.58	300.92	180.29	339.19	357.08
30	27.72	35.56	360.45	214.04	389.48	392.85
45	25.90	33.37	369.63	248.24	448.20	448.20
60	23.48	29.93	287.15	168.27	338.51	358.76
75	22.29	28.26	241.45	160.52	274.05	274.05
90	22.04	27.66	232.27	145.26	248.74	257.51

Tabelle 5.5: Einfluss des Scanwinkels auf die Rauheitswerte am Beispiel von Aufnahmen der Probe 200

5.5 Rauheitsanalyse mit Längenabhängigkeiten nach bestehenden Methoden

5.5.1 Einleitung

Zur Untersuchung der Längenabhängigkeiten der Rauheit wird ein in [72] beschriebenes Verfahren angewandt. Diese wird im Folgenden Kachelmethode genannt. Ziel ist es, aus Einzelaufnahmen die typischen Größenordnungen von Oberflächenstrukturen anhand von Rauheitsanalysen zu bestimmen, also eine sogenannte Rauheitsspektroskopie durchzuführen.

Hierzu wird eine quadratische Kachel als eine Untermenge der Punkte des zu untersuchenden Messbildes mit einer Seitenlänge von l Pixeln definiert. Diese Kachel wird über das Messbild, welches eine Auflösung von $X \cdot Y$ Pixeln hat, pixelweise verschoben (Abbildung 5.8). Dabei besitzt die linke obere Ecke der Kachel die Koordinaten $[x_b, y_b]$. Eine $5 \cdot 5$ Pixel große Kachel nimmt beispielsweise bei einem Messbild mit einer Auflösung von $512 \cdot 512$ Pixeln nacheinander alle Positionen zwischen $[1, 1]$ und $[512 - 5, 512 - 5]$ ein. Es werden also insgesamt $507 \cdot 507 = 257049$ Positionen angefahren.

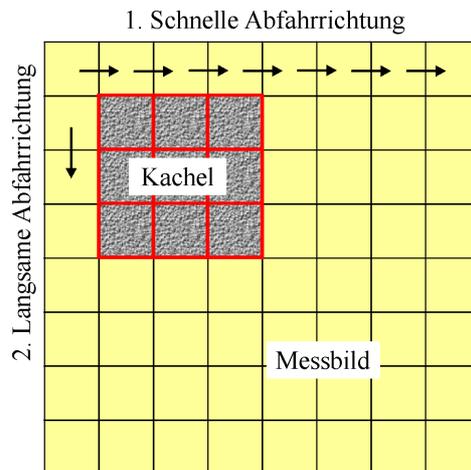


Abbildung 5.8: Eine $3 \cdot 3$ Pixel große Kachel auf einem $8 \cdot 8$ Pixel großen Messbild

An jeder Position der Kachel wird der quadratische Mittenrauwert R_q berechnet. Anschließend erfolgt die Mittelbildung über alle derartig bestimmten Einzelrauwerte der Kachelpositionen.

$$\bar{R}_q(l) = \frac{1}{(X-l) \cdot (Y-l)} \sum_{x_b=1}^{X-l} \sum_{y_b=1}^{Y-l} \sqrt{\frac{1}{l^2} \sum_{i=x_b}^{x_b+l} \sum_{j=y_b}^{y_b+l} (h_{i,j} - \bar{h})^2} \quad (5.17)$$

Um eine Rauheitsspektroskopie durchzuführen, wird die Kachelgröße von wenigen Pixeln ausgehend schrittweise vergrößert und zu jeder Größe l der zugehörige quadratische Mittenrauwert $\bar{R}_q(l)$ berechnet.

Für die vorliegenden Berechnungen wurde die Kachelgröße bei $l = 5$ beginnend jeweils um 5 Pixel vergrößert ($5 \cdot 5$, $10 \cdot 10$, $15 \cdot 15$, etc.). Da diese Berechnungen insbesondere bei Messbildern mit einer hohen Auflösung – wie $512 \cdot 512$ Pixeln – sehr viel Rechenzeit benötigen (pro Bild ca. 10 Stunden auf einem modernen PC), wurden die Rauheitsspektrumsfunktionen aus SXMEdit extrahiert und in ein alleinstehendes Programm übernommen, das auf UNIX-Workstations im Batchbetrieb größere Bildermengen verarbeiten kann. Aufgrund der großen Datenmengen wurden die Rechenläufe parallel auf zehn Workstations durchgeführt.

Vor Berechnung der Rauheiten erfuhr jedes Gesamtbild eine lineare Tiltkorrektur. In [72] wurde gezeigt, dass eine nichtkorrigierte Probenverkipfung die Steigungen der $\bar{R}_q(l)$ -Kurve verändert.

Bei Messbildern mit quadratischen Abmessungen ist die geometrische Breite L einer einzelnen Kachel über die Gleichung 5.18 mit der Pixelzahl l verknüpft. Hierbei ist l die Kachelgröße in Pixeln, X die Breite des Gesamtmessbildes in Pixeln und W_X die Breite des abgebildeten Scanbereichs in einer Längeneinheit.

$$L = \frac{l * W_X}{X} \quad (5.18)$$

Wird nun $\bar{R}_q(L)$ über der Kachelbreite L aufgetragen, so sind diejenigen Längen L , an denen sich die Steigung des Kurvenverlaufs ändert, ein Indikator dafür, dass hier eine typische Größe für die Oberflächenstrukturen vorliegt.

Zur Erprobung dieses Verfahrens diente ein mit Hilfe von SXMEdit erzeugtes Testbild (Abbildung 5.9). Als Höhenzuordnungsvorschrift wurde Gleichung 5.19 verwandt. Das Testbild hat eine Größe von $500 \text{ nm} \cdot 500 \text{ nm}$ bei einer Auflösung von $256 \cdot 256$ Pixeln. Dieses Testbild zeigt ausgeprägte Oberflächenstrukturen von 100 nm Größe.

$$h_{i,j} = \sin \frac{10 \cdot \pi \cdot i}{X} + \sin \frac{10 \cdot \pi \cdot j}{Y} \quad (5.19)$$

Hierbei sind i und j die Ortskoordinaten und X und Y die Breite bzw. Höhe des Testbildes in Pixeln.

In dem resultierenden Diagramm (Abbildung 5.10) kommt es zu einer Änderung der Steigung bei ca. 91 nm Länge (siehe Markierungslinie). Dies entspricht recht gut der vorgegebenen Strukturgröße von 100 nm . Dass der Knick der berechneten Kurve nicht

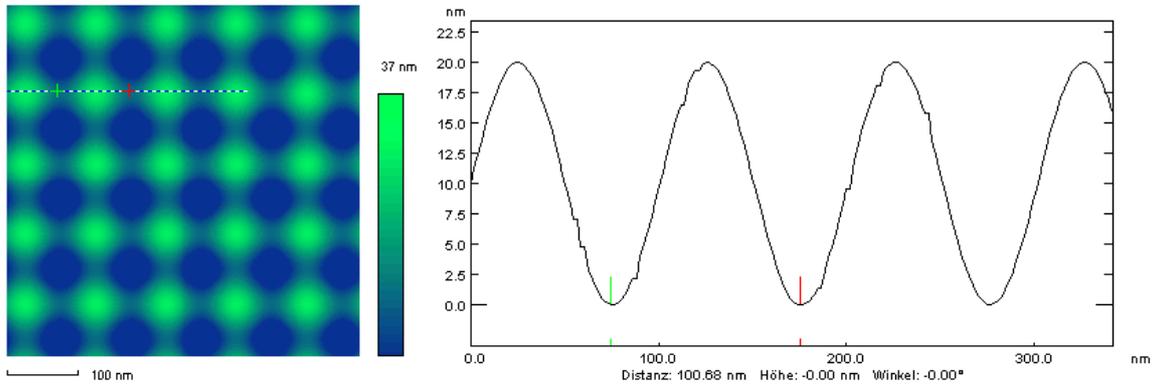


Abbildung 5.9: Testbild zur Erprobung der Rauheitsspektroskopie

exakt bei 100 nm liegt, dürfte von der Form der Oberflächenstrukturen des Testbildes verursacht sein.

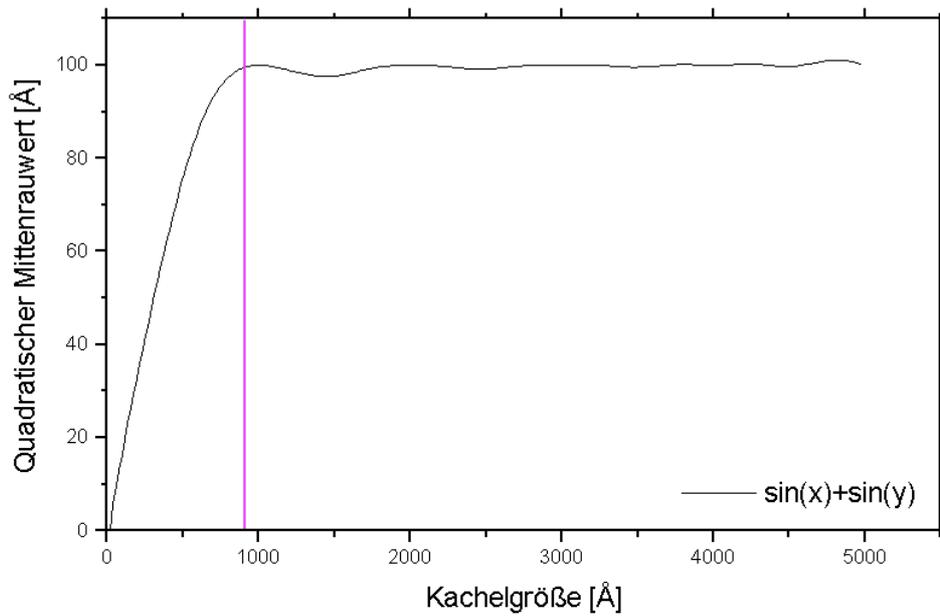


Abbildung 5.10: Längenabhängigkeit der Rauheit des Testbildes

5.5.2 Auswertung

Das Auswerteverfahren wurde auf die Messungen an den bereits in Abschnitt 5.4.1 besprochenen Proben angewandt. In den Diagrammen 5.11 bis 5.14 sind jeweils die Rauheitsspektren der Einzelmessbilder als auch der Mittelwert dieser Spektren aufgetragen. Bei Probe 400 wurde wiederum die Messung R99030324 vernachlässigt.

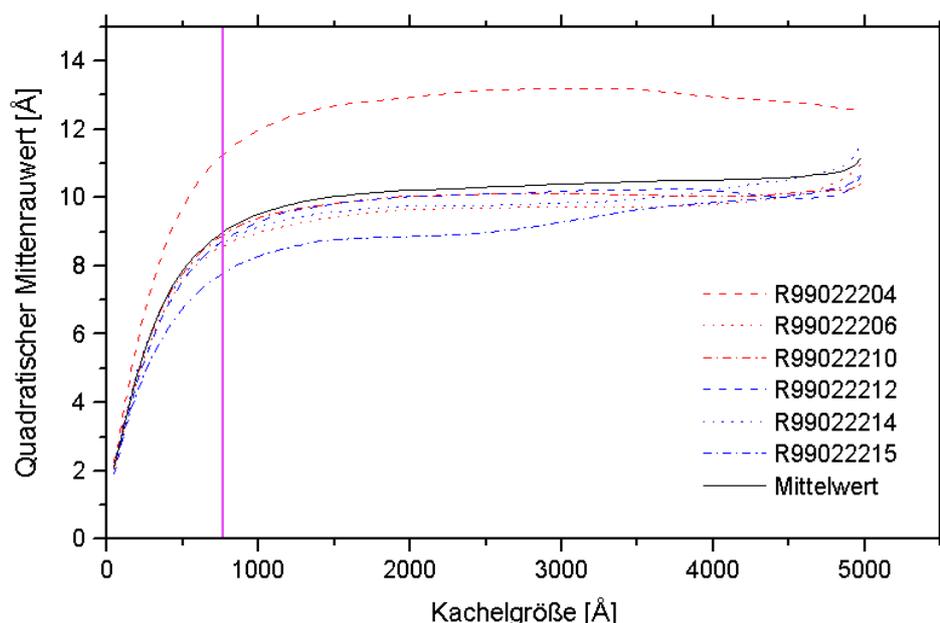


Abbildung 5.11: Längenabhängigkeit der Rauheit der Probe 650 mit Markierung bei einer Länge von 770 Ångström

Deutlich sind jeweils starke Abbiegungen der Kurven unterhalb einer Kachelgröße von 1000 Ångström erkennbar. Bei den Kurven der Einzelmessbilder existieren zum Teil weitere Biegungen, die sich allerdings in den gemittelten Kurven aufheben. Anhand der gemittelten Kurven wurde jeweils die charakteristische Größe der Oberflächenstruktur bestimmt. Diese ist in den Diagrammen als senkrechte Linie eingezeichnet.

In Tabelle 5.6 sind die Werte der einzelnen Proben einander gegenübergestellt. In Abschnitt 5.4.1 wurde bereits erläutert, dass die Probe 650 im Vergleich zu den anderen Proben die großflächigsten Oberflächenstrukturen besitzt (Abbildung 5.11). Dies wird durch das Rauheitsspektrum bestätigt. Bei den Proben 400 (Abbildung 5.12) und 200 (Abbildung 5.13) zeigen sich nur sehr geringe Abweichungen der einzelnen Kurven voneinander. Die laterale Größe der Oberflächenstrukturen ist erwartungsgemäß vergleichs-

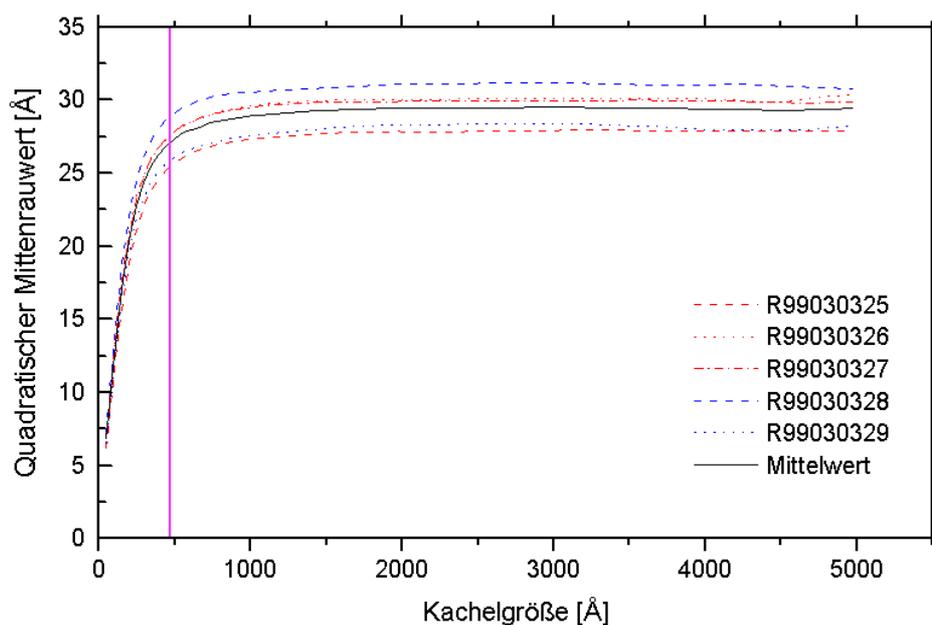


Abbildung 5.12: Längenabhängigkeit der Rauheit der Probe 400 mit Markierung bei einer Länge von 490 Ångström

weise klein. Die Kurven der Einzelmessbilder von Probe 100 (Abbildung 5.14) weichen zum Teil erheblich voneinander ab.

Probe	Länge Å
650	770
400	490
200	400
100	620

Tabelle 5.6: Charakteristische Größen der Oberflächenstrukturen der Goldinselnfilme

Gewachsene raue Oberflächen lassen sich als fraktale Strukturen [73] beschreiben. Für solche Oberflächen gilt

$$\bar{R}_q(L) \propto L^\alpha \quad (5.20)$$

Der Exponent α , häufig auch als Hurst-Exponent H bezeichnet, kann im Bereich zwischen 0 und 1 liegen. Er ist mit der lokalen fraktalen Dimension D [74] über die Beziehung

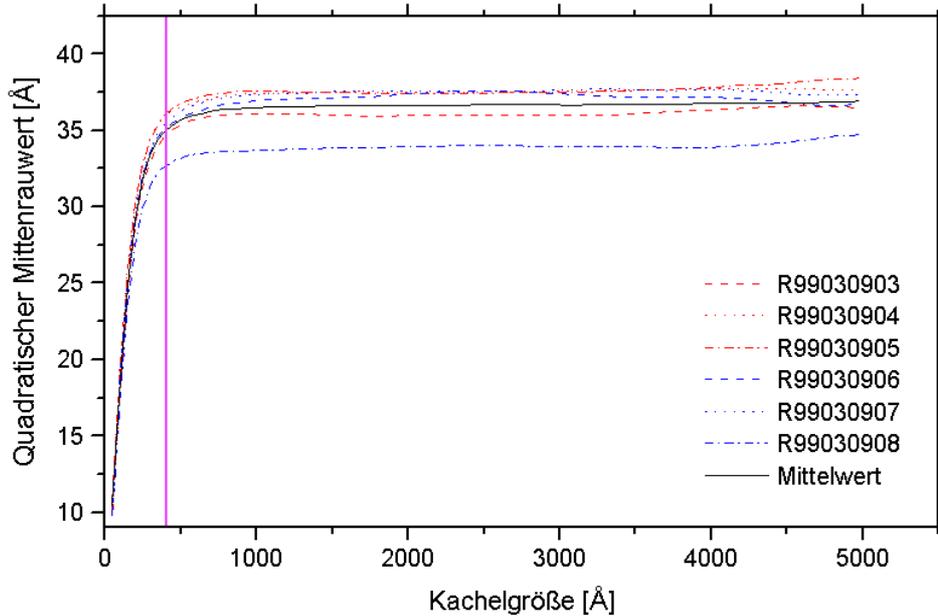


Abbildung 5.13: Längenabhängigkeit der Rauheit der Probe 200 mit Markierung bei einer Länge von 400 Ångström

$\alpha = 3 - D$ verknüpft. Für eine ebene Fläche [75] gilt $D = 2$. Für fraktale Strukturen liegt die fraktale Dimension zwischen 2 und 3 und variiert mit der Rauheit und Unregelmäßigkeit der Oberfläche.

Probe	fraktale Dimension
650	2.422
400	2.321
200	2.388
100	2.329

Tabelle 5.7: Fraktale Dimensionen der Goldinselnfilme

Zur Bestimmung der fraktalen Dimension aus Messbildern kann der Hurst-Exponent durch doppelt-logarithmische Auftragung von $\bar{R}_q(L)$ über L als Steigung der Kurve ermittelt werden.

Anhand der vorliegenden Rauheitsverläufe wurde für die vier Proben die fraktale Dimension bestimmt (Tabelle 5.7). Diese ist jeweils für den Bereich unterhalb 300 Ångström

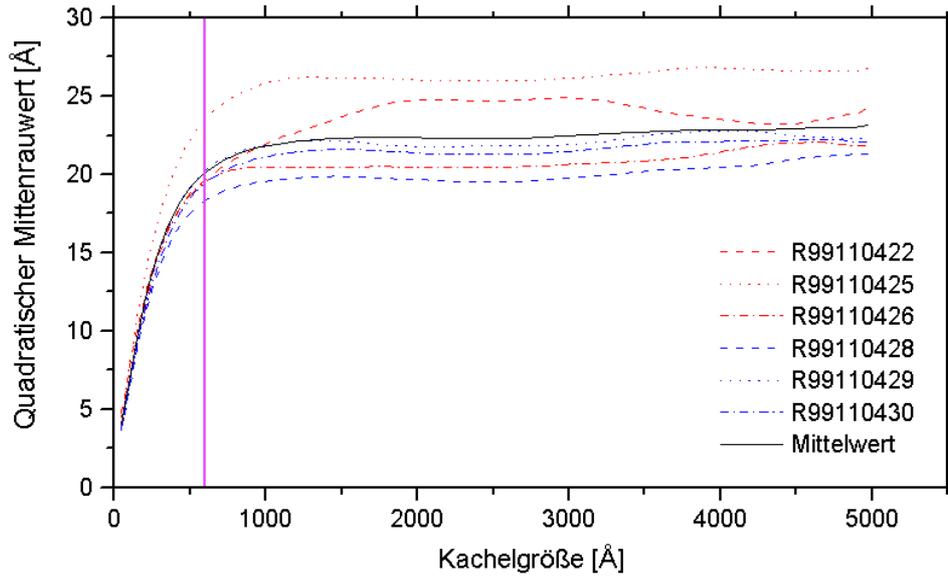


Abbildung 5.14: Längenabhängigkeit der Rauheit der Probe 100 mit Markierung bei einer Länge von 620 Ångström

Länge gültig. Oberhalb kam es in den Messungen zu zum Teil erheblichen Abweichungen von Gleichung 5.20.

5.6 Rauheitsanalyse mit Längenabhängigkeiten nach neuentwickelten Methoden

Von Prof. Dr. Schimmel wurden zwei neue Methoden zur Bestimmung von Längenabhängigkeiten der Rauheit vorgeschlagen. In diesem Abschnitt sollen diese Methoden auf die bereits vorhandenen Messwerte der Goldinselnfilme angewandt werden.

Die erste Methode wird im Folgenden Mittelwertmethode genannt. Bei dieser wird zunächst aus dem Testbild ein Zwischenbild generiert, in dem zeilenweise jeder Höhenwert eines Punktes durch das Mittel der Höhenwerte seiner l Nachbarpunkte und des eigenen Höhenwerts ersetzt wird. Von diesem Zwischenbild wird der quadratische Mittenrauwert R_q berechnet. Die Berechnung wird für verschiedene Werte von l wiederholt, so dass $R_q(l)$ aufgetragen werden kann.

Da Punkte in einem Abstand l sowohl vor als auch nach dem jeweils betrachteten Punkt in die Mittelung einbezogen werden, gilt für die Umrechnung des Abstands l in Pixeln in den geometrischen Abstand L der Zusammenhang

$$L = \frac{2 \cdot l \cdot W_X}{X} \quad (5.21)$$

Auch hier sind X die Breite des Gesamtmessbildes in Pixeln und W_X die Breite des abgebildeten Scanbereichs in einer Längeneinheit.

Zu erwarten ist, dass mit zunehmendem Abstand L der quadratische Mittenrauwert R_q abnimmt, bis eine Länge erreicht ist, die für die Abmessung der größten Strukturen auf der Oberfläche typisch ist. Ab diesem Punkt sollte dann nur noch eine geringere Abnahme des Rauheitswertes mit zunehmendem Abstand zu erkennen sein.

Zuerst wurde das bereits in Abschnitt 5.5 verwandte künstlich generierte Testbild benutzt, um das Verhalten dieser Funktion zu untersuchen.

Der Kurvenverlauf (Abbildung 5.15) geht bei einem Abstand von ca. 1000 Ångström näherungsweise in eine Waagrechte über. Dies entspricht der simulierten Strukturgröße.

Wird dieses Verfahren jedoch auf die Messbilder der Goldinselnfilme angewandt (Abbildung 5.16), zeigt sich kein so deutliches Verhalten. Es können nur leichte "Knicke" in den Biegungen der einzelnen Kurven vermutet werden (siehe Markierungen). Aus ihren Lagen ergeben sich Längen von 710 Ångström (Probe 650), 460 Ångström (Probe 400), 460 Ångström (Probe 200) bzw. 630 Ångström (Probe 100). Dies entspricht den in Abschnitt 5.5 ermittelten Werten.

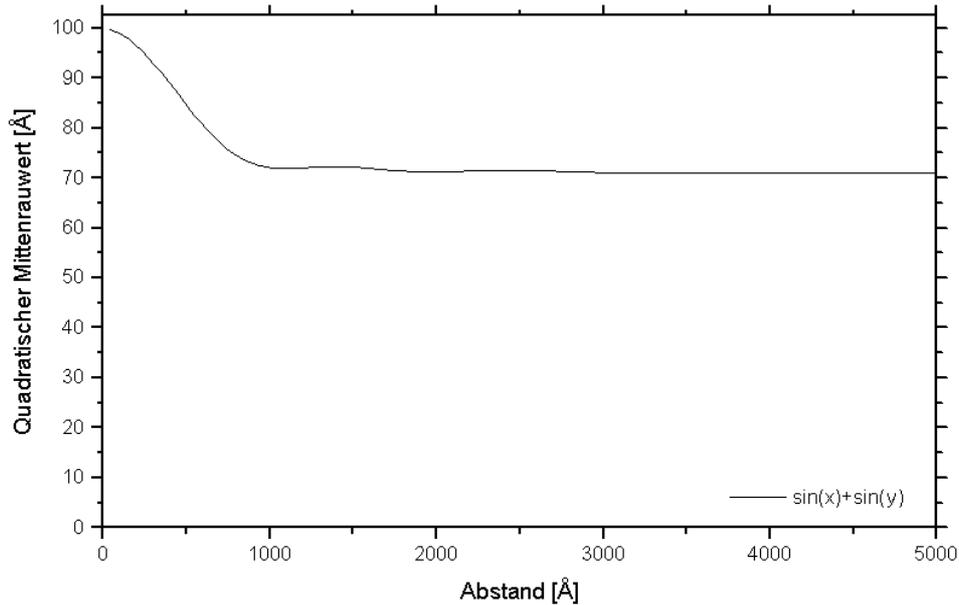


Abbildung 5.15: Rauheitsspektrum des Testbildes nach der Mittelwertmethode

Da allerdings die Ausprägungen der Kurvenverläufe nur sehr schwach sind, ist dies ein Zeichen, dass sich diese Methode nicht besonders gut zur Ermittlung der nur schwachen Längenabhängigkeiten der Rauheitsstruktur bei den vorliegenden Proben eignet.

Die zweite Methode wird im Folgenden Differenzmethode genannt. Sie basiert darauf, dass der Betrag der Steigung zwischen dem betrachteten Punkt des Messbildes und den beiden Punkten, die sich auf derselben Zeile in l Pixel Abstand befinden, ermittelt wird. Dieser Vorgang wird für alle Punkte des Messbildes wiederholt. Anschließend erfolgt eine Mittelung über die Einzelsteigungen. Die resultierende mittlere Steigung in Abhängigkeit vom Pixelabstand l bzw. vom geometrischen Abstand L (siehe Gleichung 5.18) verdeutlicht, in welchem Abstand voneinander Punkte mit maximalem Höhenunterschied liegen.

Die Rauheit ist gegeben durch

$$R(l) = \frac{1}{Y \cdot (X - l)} \sum_{y=1}^Y \left[\sum_{x=1+l}^X \left| \frac{h_{x,y} - h_{(x-l),y}}{l} \right| + \sum_{x=1}^{X-l} \left| \frac{h_{(x+l),y} - h_{x,y}}{l} \right| \right] \quad (5.22)$$

Hierbei sind X bzw. Y die Breite bzw. Höhe des Messbildes in Pixeln.

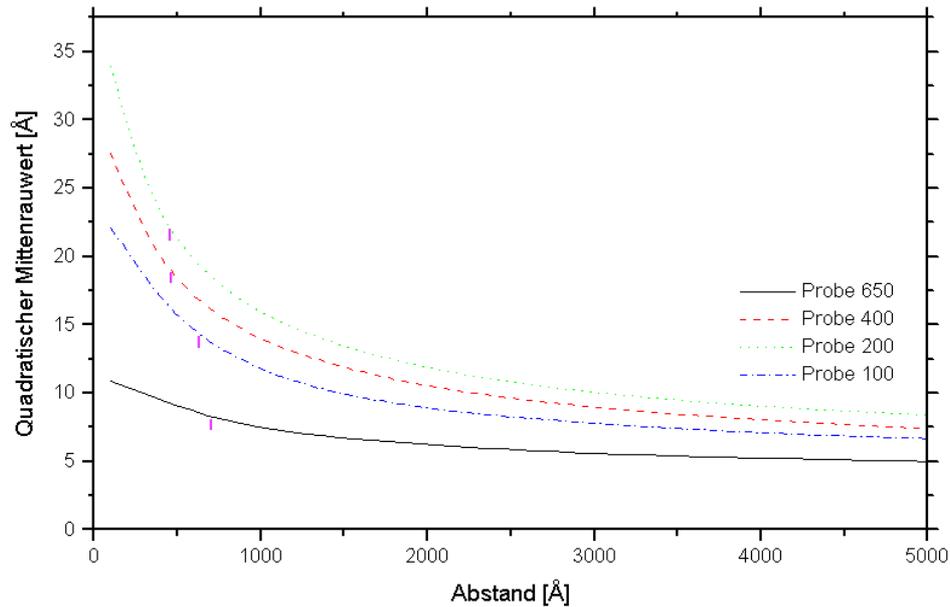


Abbildung 5.16: Rauheitsspektren der Goldinselnfilme nach der Mittelwertmethode

Entsprechend kann auch ein vertikales Rauheitsspektrum verwendet werden, indem Höhendifferenzen zwischen Messpunkten in denselben Spalten ermittelt werden.

Bereits existierende Methoden zur Rauheitsuntersuchung basieren auf einem ähnlichen Ansatz. In [62] wird die eindimensionale Strukturfunktion $S(l)$ definiert:

$$S(l) = \frac{1}{N-l} \sum_{i=1}^{N-l} [h_i - h_{i+l}]^2 \quad (5.23)$$

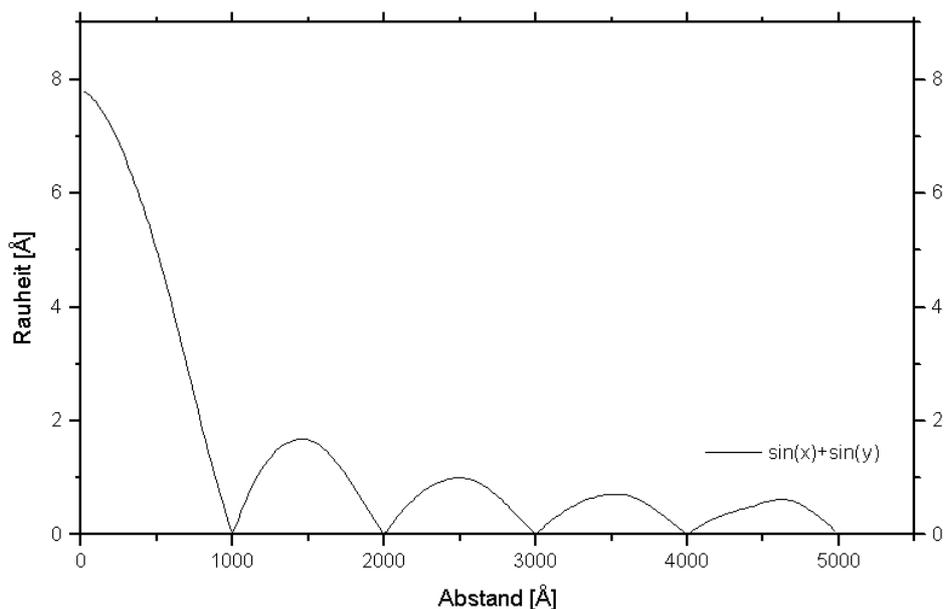


Abbildung 5.17: Rauheitsspektrum des Testbildes nach der Differenzmethode

Auch die Differenzmethode wurde zunächst anhand des Testbildes bezüglich ihres Verhaltens untersucht. In Abbildung 5.17 ist das Ergebnis der Differenzmethode aufgetragen. Da es sich um eine streng periodische Struktur handelt, treten – wie zu erwarten – bei Abständen, die der Periodenlänge oder einem Vielfachen davon entsprechen, scharfe Minima auf.

Dieses Verhalten erschwert die Interpretation der Längenabhängigkeit erheblich, da nicht unterschieden werden kann, ob die berechneten Minima von einer einzelnen repetierenden Struktur oder von weiteren periodischen Strukturen mit ganzzahlig vielfachen Periodenlängen der Grundstruktur stammen.

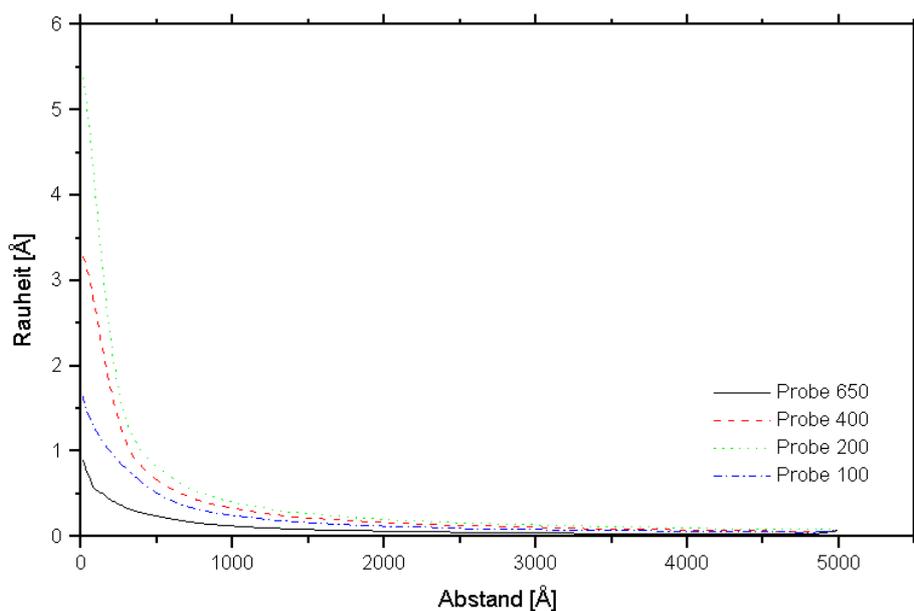


Abbildung 5.18: *Rauheitsspektren der Goldinselnfilme nach der Differenzmethode*

Die Anwendung der Differenzmethode auf die Messwerte der Goldinselnfilme (Abbildung 5.18) zeigt, dass der Kurvenverlauf bei Filmen mit kleinen Strukturen (Probe 200, Probe 400) von großen Rauheitswerten bei sehr kleinen Abständen ausgehend mit zunehmendem Abstand stark abfällt. Bei Filmen mit größeren Strukturen ist der allgemeine Kurvenverlauf – unabhängig von der niedrigeren Gesamtrauheit – deutlich flacher. Aus den Kurven konkrete Längenwerte von Oberflächenstrukturen abzulesen, ist allerdings unmittelbar nicht möglich. Diese Methode kann also für Proben mit geringer Ausprägung periodischer Rauheitsstrukturen nur zum Vergleich mehrerer Messungen dienen.

5.7 Zusammenfassung

- Das Rasterkraftmikroskop eignet sich aufgrund seiner digitalen Messdatenerfassung in Verbindung mit einer computergestützten Auswertung ideal für die Rauheitsanalyse von Oberflächen.
- Die einzelnen Rauheitsgrößen lassen sich von einer zweidimensionalen Definition mit Höhendaten entlang einer Messstrecke auf eine dreidimensionale Definition mit Höhendaten über einer Fläche erweitern. Mit den verschiedenen Rauheitskennwerten können differenzierte Aussagen über die Höhenverteilung von Oberflächen gemacht werden. Eine Aussage über laterale Dimensionen ist dabei nicht möglich.
- Die Untersuchung der Goldinselnfilme zeigte, dass die Vorgeschichte des jeweiligen Filmes einen erheblichen Einfluss auf dessen Oberflächenstruktur und – davon abgeleitet – auf dessen Rauheitswerte hat.
- Die Ermittlung der längenabhängigen quadratischen Mittenrauheit durch die Kachelmethode erweist sich als gute Voraussetzung zur Bestimmung der typischen lateralen Größen von Oberflächenstrukturen.
- Die neuentwickelte Mittelwertmethode eignet sich gut, um auf periodischen Oberflächen die typischen lateralen Größen zu ermitteln. Auf gewachsenen Goldfilmen zeigt diese Methode jedoch keine eindeutigen Ergebnisse.
- Die ebenfalls erstmals eingesetzte Differenzmethode liefert nur schwer interpretierbare Ergebnisse. Eine absolute Bestimmung charakteristischer Längen war bei den vorliegenden Messungen auf den Goldinselnfilmen nicht möglich.

6 Oberflächenmodifikationen und Nanostrukturierung

6.1 Einleitung und Motivation

Bereits kurz nach Einführung der Rastersondenmikroskopie zeigte sich, dass die feinen Messsonden nicht nur eine hochauflösende Abbildung von Oberflächen gestatten, sondern auch genutzt werden können, um diese zu modifizieren [76]. Mit dem STM lassen sich sowohl direkt Strukturen auf Oberflächen aufbringen [77], als auch auf leitende Oberflächen aufgebrachte dünne Deckschichten in der Nanometerskala bearbeiten, so dass sie als Masken für einen folgenden Ätzprozess dienen können [78].

Th. Schimmel et. al. haben demonstriert, dass es nicht nur möglich ist, mit dem Rastertunnelmikroskop durch Anlegen kurzer Spannungspulse Markierungen auf atomarer Skala auf einer Selenid-Oberfläche zu erzeugen, sondern diese auch wieder zu löschen [79].

Für die mechanische Strukturierung ist jedoch insbesondere das Rasterkraftmikroskop gut geeignet. Die Spitzen des Cantilevers bestehen aus Silizium oder Siliziumnitrid. Beides sind sehr harte Materialien und somit nur einer geringen Abnutzung unterworfen. Darüber hinaus ist der Einsatz des AFM – im Gegensatz zum Rastertunnelmikroskop – nicht auf elektrisch leitende Oberflächen beschränkt.

Es existieren verschiedene Methoden, Oberflächen mit Hilfe des AFM zu strukturieren. Durch lokale Erwärmung des Cantilevers lassen sich Vertiefungen in Polycarbonatoberflächen schmelzen [80]. Bei der Methode der optischen Strukturierung wird die Cantileverspitze mit einem Laserstrahl hoher Intensität beleuchtet. Die lokale Verstärkung der Intensität kann zum Aufschmelzen der Probenoberfläche genutzt werden [81].

Experimente in der Arbeitsgruppe zeigten, daß es möglich ist, mit Hilfe der Messspitze kontrolliert lokale Nukleation und Wachstum von Kupferclustern auf Goldoberflächen

zu induzieren. Darüber hinaus konnten mit diesem elektrochemischen Strukturierungsverfahren auch gezielt komplexere Strukturen auf der Oberfläche erzeugt werden [82].

Die unmittelbarste Methode, die auch in dieser Diplomarbeit Anwendung findet, ist die mechanische Strukturierung. Dazu wird die Kraft zwischen Spitze und Probe groß genug gewählt, dass es hierdurch zu einer Modifikation der Oberfläche kommt. In [42] wurde gezeigt, dass die Strukturierung von Glimmeroberflächen nicht nur durch Normalsondern auch durch Lateralkräfte möglich ist. Außerdem konnte durch Modulation des Cantilevers in z-Richtung bei einer "hämmernden" Bewegung über die Probe eine gezielte Strukturierung vorgenommen werden.

Zukünftige Anwendungen der Strukturierung mit Rastersondenmikroskopen sind insbesondere bei Erzeugung von Nano-Bauelementen zu erwarten. In der Halbleiterproduktion werden Resistschichten aus Polymeren eingesetzt. Diese werden derzeit mit lithografischen Verfahren belichtet. Da diesen Verfahren durch die Wellenlänge des Lichts eine untere Geometriegrenze gesetzt ist, wäre es denkbar, die Rastersondenmikroskopie zu nutzen, um feinere Strukturen zu erzeugen. Auch die Eignung des AFM als Schreib- und Leseinstrument zur Datenspeicherung wurde bereits erforscht [83].

In diesem Kapitel soll die tip-induzierte Nanostrukturierung auf Polymeroberflächen untersucht werden. Sie wird der Strukturierung auf dünnen Goldinseln gegenübergestellt.

6.2 Erzeugen der Polymerfilme durch Spin-Coating

Bei den untersuchten Polymerfilmen handelte es sich um dünne PMMA-Schichten (Polymethyl Methacrylat), welche durch Spin-Coating erzeugt wurden. PMMA – auch Acryl genannt –, das sich von dem Monomer Methyl Methacrylat ableitet, wurde bereits vor über 60 Jahren entwickelt [86]. Mit einem Transmissionskoeffizienten von 92% für sichtbares Licht ist PMMA praktisch durchsichtig. PMMA ist ein reguläres Polymer mit der Strukturformel $\sim [CH_2 - C(CH_3)(COOCH_3)]_n \sim$ [87].

Zur Erzeugung dünner Polymerfilme mit homogener Schichtdicke ist Spin-Coating eine der am weitesten verbreiteten Methoden. Für die Experimente im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde mit Chlorbenzol verdünntes 950 K PMMA C4 verwendet. Es wurden fünf verschiedene Proben hergestellt, die sich jeweils in der Konzentration des Polymers unterschieden (siehe Tabelle 6.1). Dies führte zur Ausbildung unterschiedlicher Schichtdicken.

Als Substrat wurden gereinigte Mikroskopie-Objektträger aus Glas eingesetzt.

Probe	Verhältnis PMMA:Chlorbenzol
PMMA 1	1:1
PMMA 2	1:2
PMMA 3	1:4
PMMA 4	1:8
PMMA 5	1:16

Tabelle 6.1: *Konzentration der PMMA-Lösungen bei der Herstellung der zu untersuchenden Proben*

Der Spin-Coat-Prozess lässt sich durch vier Hauptschritte beschreiben [84]:

Aufbringen der Flüssigkeit auf das Substrat Zunächst wird eine kleine Menge der Lösung auf das Substrat aufgebracht. Ein Filter verhindert, dass Verunreinigungen auf die Oberfläche gelangen, welche zu inhomogenen Schichten führen würden. Die zugeführte Flüssigkeitsmenge übersteigt die für die Ausbildung der gewünschten Schichtdicke benötigte Menge deutlich. Überschüssige Flüssigkeit wird von den weiteren Stufen des Spin-Coat-Prozesses entsorgt. Es ist wichtig, dass die Substratoberfläche vollständig benetzt wird, da es ansonsten zu einer nur partiellen Bedeckung durch den zu erzeugenden Film kommen kann.

Verteilung des Flüssigkeitsfilms auf der Oberfläche Das Substrat wird nun auf der Zentrifuge zentrisch montiert und in Rotation versetzt. Während der Beschleunigung des Substrats auf seine Endrotationsgeschwindigkeit verteilt sich die Lösung gleichmäßig über die Substratoberfläche. Bei dem Spin-Coat-Prozess zur Erzeugung der verwendeten Proben wurden diese hierfür zunächst für vier Sekunden auf 400 Umdrehungen pro Minute beschleunigt.

Verringerung der Schichtdicke durch viskose Kräfte Danach wird das Substrat auf die Endrotationsgeschwindigkeit beschleunigt. Im vorliegenden Fall waren dies 4000 Umdrehungen pro Minute für eine Dauer von 90 Sekunden. Aufgrund viskoser Kräfte kommt es dabei zu einer zunehmenden Verringerung der Flüssigkeitsschichtdicke. Mathematische Untersuchungen haben gezeigt, dass die Dicke des Flüssigkeitsfilmes, wenn sie zu Beginn dieser Stufe einheitlich über der Substratoberfläche war, gleichmäßig abnimmt. Die erzielte Schichtdicke d hängt mit der Rotationsgeschwindigkeit w über $d = kw^{-a}$ zusammen [85]. Hierbei ist k ein von der Konzentration der Lösung abhängiger Vorfaktor und a ein von der Art der Lösung abhängiger Exponent.

Verringerung der Schichtdicke durch Verdunsten des Lösungsmittels Auch in der vierten Stufe rotiert das Substrat weiterhin mit der zuvor eingestellten konstanten

Frequenz. Die aufgebrachte Flüssigkeit ist bereits derart ausgedickt, dass Fließbewegungen zu vernachlässigen sind. Der nun dominierende Prozess ist das Verdunsten des enthaltenen Lösungsmittels. Dabei nimmt die Viskosität zu, wodurch die Beschichtung örtlich fixiert wird.

Anschließend wurden die Proben zur Aushärtung und zum Entfernen von eventuell verbliebenem Lösungsmittel in einem Ofen für eine Stunde bei 120°C gebacken.

6.3 Oberflächenmodifikationen der Polymerfilme durch den Scanvorgang

Bereits bei den ersten Messungen der PMMA-Oberfläche zeigte sich, dass sich diese nach jedem Scanvorgang im Contact-Mode sichtlich verändert hatten. Die ursprünglich sehr ebene Oberfläche wurde zunehmend welliger. Dieses Verhalten war bei den dünneren Filmen, also denjenigen, die beim Spin-Coat-Prozess aus stärker verdünnten Lösungen entstanden sind, erheblich deutlicher ausgeprägt als bei den dickeren.

Um diese Beobachtung genauer zu untersuchen, wurde auf dem dünnsten der PMMA-Filme, PMMA 5, eine Fläche von $6\ \mu\text{m} \cdot 6\ \mu\text{m}$ wiederholt abgescannt (Abbildung 6.3). Bei jedem zweiten vollständigen Scanvorgang wurde ein Messbild aufgenommen. Die Messung erfolgte im unregulierten Modus bei einer Auflagekraft von ca. $10^{-8}\ \text{N}$ mit dem Eigenbaurasterkraftmikroskop. Die Scanfrequenz betrug zwei Zeilen pro Sekunde. Das zentrale Feld des Messbilds wurde bereits in einem früheren Experiment mehrfach abgescannt. Dort hat eine Oberflächenmodifikation stattgefunden.

Schon beim ersten Scandurchlauf bildeten sich längliche Partikel, die parallel zur schnellen Scanrichtung orientiert waren. Diese wuchsen bei weiterem Scannen an, indem sie sich mit ihren Nachbarn vereinten. Infolgedessen wurde die Oberfläche des Films deutlich rauer. Nach ca. 20 Durchläufen hat sich eine stabile Oberflächenstruktur herausgebildet. Die einzelnen Partikel haben sich jetzt zu länglichen ellipsoid-artigen Formen zusammengelagert, die senkrecht zur schnellen Scanrichtung ausgerichtet sind. Die Breite dieser Strukturen liegt sehr homogen zwischen 250 nm und 350 nm. Die Längenverteilung variiert zwischen 500 nm und mehreren μm .

Die entstandenen Formen nehmen nach einer gewissen Anzahl von Durchläufen einen endgültigen Zustand ein. Weitere Scanvorgänge führen keine Veränderungen mehr herbei. Dieser Effekt ist besonders gut am Zentralbereich des Scanfensters zu erkennen. Dieser befand sich bereits bei Beginn des Abscannens in diesem Endzustand und hat sich nicht mehr verändert.

Abbildung 6.1 entstand nach der Modifizierung der Oberfläche und gibt ein zentrisch vergrößertes Scanfild wieder. Das Bild verdeutlicht den Unterschied zwischen modifiziertem Innen- und unmodifiziertem Außenbereich. Der quadratische Mittenrauwert des Innenbereichs ist viermal so groß wie der des Außenbereichs.

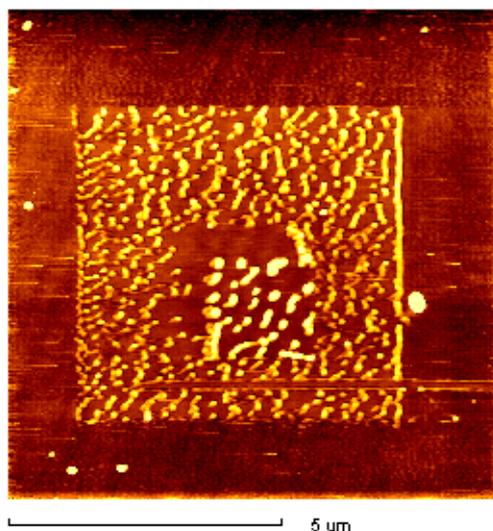


Abbildung 6.1: Vergrößertes Scanfild um den Bereich der in Abbildung 6.3 gezeigten Oberflächenmodifikation (ungeregelte Normalkraftmessung mit Scanfildgröße $9\ \mu\text{m} \cdot 9\ \mu\text{m}$; Auflösung $512 \cdot 256$ Pixel; Cantilever MDT-NSCS12 E)

Eine Linescan-Aufnahme (Abbildung 6.2) verdeutlicht die Stabilität der einzelnen Strukturen. Hierzu wurde die Aufnahme eines Messbildes normal gestartet, bis drei der ellipsoid-artigen Strukturen erreicht waren. In diesem Augenblick wurde der Y-Vorschub der Probe angehalten, so dass alle weiteren Scantvorgänge auf derselben Zeile der Probe stattfanden. Das bedeutet, dass in der vertikalen Richtung der Aufnahme eine fortschreitende Anzahl von Durchläufen in derselben Zeile auf der Probenoberfläche zu sehen ist. Obwohl die Cantileverspitze die Strukturen 400 mal überstreift, sind kaum Veränderungen im Profil erkennbar.

In [88] wurde das gleiche Verhalten der Bildung von ellipsoid-artigen Strukturen bei Langmuir-Blodgett-Filmen aus PMMA beobachtet. Auch dort bildete sich nach ca. 25 Durchläufen ein stabiler Oberflächenzustand aus. Die beschriebenen Ellipsoide sind allerdings mit $100\ \text{nm} \cdot 60\ \text{nm}$ deutlich kleiner, was aber durch die Verwendung einer anderen PMMA-Lösung und durch die andere Probenherstellungsmethode bedingt sein dürfte.

Die in [88] vermutete Erklärung für dieses Verhalten ist, dass sich die PMMA-Moleküle im Film zueinander nicht in der stabilsten Anordnung befinden. Durch die Wechsel-

wirkung zwischen Spitze und Probe beim Scanvorgang wird ausreichend Energie zugeführt, so dass eine Umorientierung stattfinden kann. Die Moleküle nehmen - indem sie Ellipsoide formen - eine stabile Anordnung ein, so dass weitere Scanvorgänge keine Veränderungen mehr hervorrufen können.

Dieser Vorgang dürfte bei dem untersuchten dünnen spingecoateten Film ebenso stattgefunden haben. Dafür spricht, dass sich die Beobachtungen phänomenologisch völlig decken.

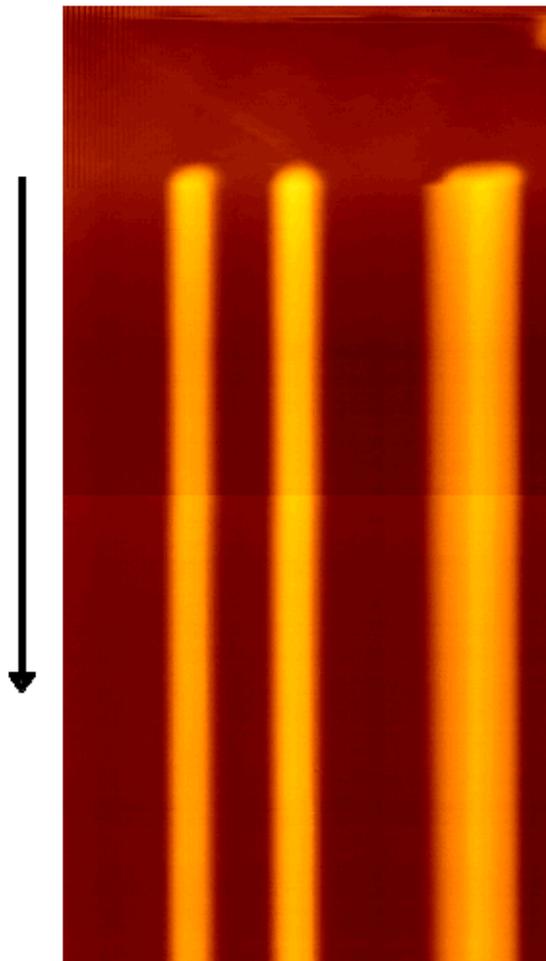


Abbildung 6.2: *Linescan-Aufnahme einer zuvor entstandenen PMMA-Struktur (zusammengesetzt aus zwei Einzelbildern, unregelmäßige Normalkraftmessung mit Scanfeldbreite 9 μm ; Gesamtauflösung 512 \cdot 512 Pixel; Cantilever MDT-NSCS12 E)*

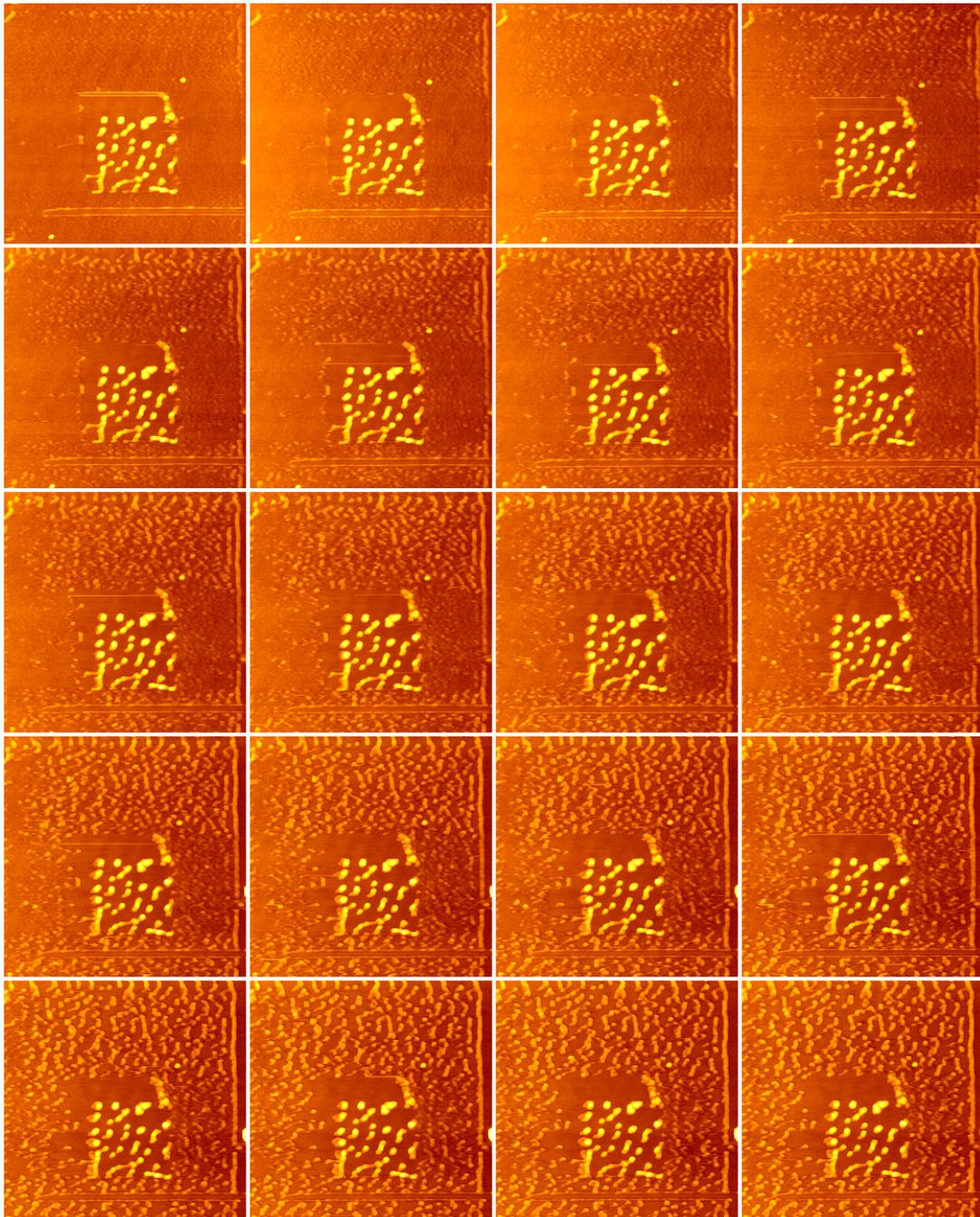


Abbildung 6.3: *Modifikation des PMMA-Filmes durch wiederholtes Abscannen der Oberfläche. Nach jedem zweiten Durchlauf wurde ein Bild aufgenommen. Im mittleren Bereich befindet sich eine Modifikation von einem vorherigen Abscanvorgang (PMMA 5; unregelmäßige Normalkraftmessung mit Scanfeldgröße $6\ \mu\text{m} \cdot 6\ \mu\text{m}$; Auflösung $512 \cdot 256$ Pixel; Cantilever MDT-NSCS12 E)*

6.4 Elastizitätskontraste auf Polymerfilmen

Die in Abschnitt 6.3 beobachtete Strukturbildung warf die Frage auf, ob der Polymerfilm durch die Scanvorgänge völlig zu Ellipsoiden zusammengeschoben wurde, also das Glassubstrat in den Zwischenräumen frei liege.

Ein solcher Materialkontrast lässt sich am einfachsten über die Messung der Elastizität als Funktion des Ortes ermitteln. Dazu wird die in Abschnitt 2.3.2 beschriebene Kraftmodulationsmikroskopie eingesetzt.

Die Elastizitätsmessung wurde mit dem Eigenbau-Rasterkraftmikroskop durchgeführt. Dabei wurde die z-Komponente des Piezoscannerröhrchens mit einem Sinussignal von 2 kHz angeregt. Dieses Signal diente als Referenz für den Lock-In-Verstärker Jupiter CA9600. In den Signaleingang des Lock-In-Verstärkers wurde das vom Messkopf kommende Normalkraft-Signal eingespeist. Die eingestellte Zeitkonstante des Verstärkers betrug $30 \mu\text{sec}$. Das X-Ausgangssignal des Lock-In-Verstärkers wurde parallel zu dem Topographiesignal erfasst. Die Messung fand wiederum an der Probe PMMA 5 statt, also an dem dünnsten der Polymerfilme. Mehrmaliges Abscannen der Oberfläche vor Beginn der Kraftmodulationsmessung erzeugte die aus dem vorangegangenen Abschnitt bekannten Strukturen.

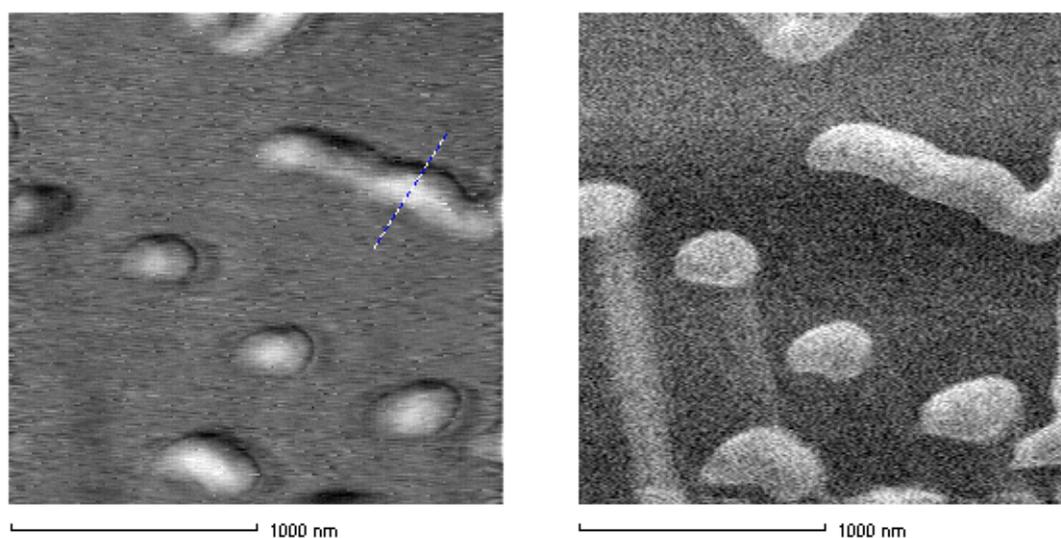


Abbildung 6.4: *Elastizitätsmessung auf modifizierter PMMA-Schicht: Gleichzeitige Messung von Normalkraft (links, fouriergefiltert) und Elastizität (rechts) (Probe PMMA 5; unregelmäßige Messung; Scanfeldgröße $2 \mu\text{m} \cdot 2 \mu\text{m}$; Auflösung $512 \cdot 256$ Pixel; Cantilever MDT-NSCS12 E)*

Die Anregung der z-Komponente war im Topographiebild als ein überlagertes Brummen konstanter Frequenz zu erkennen, welches nachträglich durch eine Fourier-Filterung zum größten Teil entfernt werden konnte (Abbildung 6.4 links).

Im Elastizitätsbild (Abbildung 6.4 rechts) sind die Regionen unterschiedlicher Elastizität mit klaren Grenzen zu erkennen. Innerhalb der Partikel – insbesondere an ihren Randbereichen – sind die Intensitätsunterschiede wesentlich geringer als im Topographiebild. Dies deutet darauf hin, dass die abgebildeten Kontraste nicht ausschließlich durch ein Übersprechen der Topographie in die Elastizitätsmessung entstanden sind. Während die Partikel im Topographiebild tropfenartig erscheinen, weisen sie im Elastizitätsbild eher die Gestalt flacher Plättchen auf, wie eine Querschnittsmessung (Abbildung 6.5) durch einen PMMA-Partikel verdeutlicht.

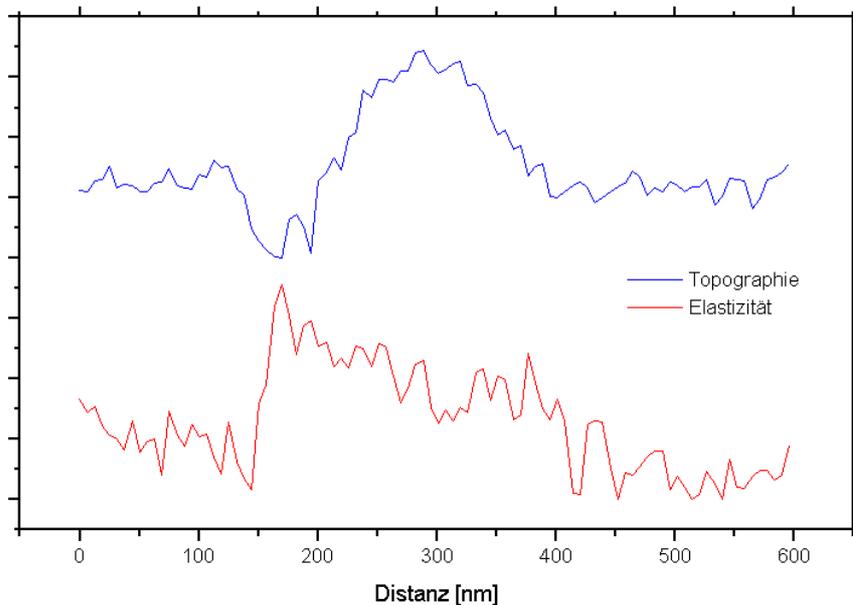


Abbildung 6.5: *Querschnittsmessung durch einen PMMA-Partikel*

Dieser Unterschied spricht für eine relativ homogene Elastizität innerhalb der Partikel, bei der die Dicke der PMMA-Partikel nur wenig Einfluss auf die gemessene Elastizität hat. Da sich die Elastizitätswerte auf den Flächen zwischen den Partikeln deutlich von den Werten auf den Partikeln unterscheiden, kann davon ausgegangen werden, dass das Glassubstrat von keiner durchgängigen PMMA-Schicht mehr überzogen ist. Bei der Umordnung der Polymermoleküle aufgrund des Scanvorgangs wurde also die ursprünglich vorhandene dünne Schicht völlig zerstört.

6.5 Gezieltes “Fräsen” von Strukturen auf PMMA-Oberflächen

In diesem Abschnitt wird dargestellt, wie sich die Spitze des Rasterkraftmikroskops in Verbindung mit einer angepassten Ansteuerung dafür eignet, gezielt Nanostrukturen auf PMMA-Oberflächen zu erzeugen.

Die Strukturierungsexperimente wurden mit dem Eigenbau-Rasterkraftmikroskop durchgeführt. Da bei diesem der Röhrenscanner in x- und y-Richtung durch einen Analogausgang des Messrechners frei angesteuert werden kann, eignet es sich ideal zur Erzeugung komplexerer Strukturen auf Oberflächen. Die hierzu erforderlichen Funktionen sind in der Eigenbau-Messsoftware bereits integriert [42].

Für die Experimente wurde neben den fünf Polymerproben verschiedener Dicke (PMMA 1 bis PMMA 5) auch ein älterer PMMA-Film (PMMA-Alt) auf Glas verwendet, dessen Erzeugungsparameter leider nicht bekannt waren. Dieser Film scheint jedoch sehr dick zu sein und über eine sehr harte Oberfläche zu verfügen.

Abbildung 6.6 zeigt eine nanostrukturierte Blume auf diesem Film. Sie wurde durch 500faches Abfahren der Struktur mit der Cantileverspitze innerhalb von 100 sec erzeugt. Bei den später hergestellten Filmen konnte eine derartige Schärfe des Abbildes nicht mehr erreicht werden.

Bei den auf dem Bild sichtbaren dunklen Flecken handelt es sich um Löcher auf der Probe, welche bereits vor Beginn der Messungen existierten. Sie dürften beim Herstellungsprozess entstanden sein.

Da es sich im Laufe der Experimente gezeigt hat, dass es – je nach untersuchtem Film – schwierig ist, eine Auflagekraft zu finden, bei der einerseits bei den großen Durchlaufzahlen die gewünschte Modifikation der Oberfläche stattfindet, diese aber andererseits bei dem nachfolgenden Abbildungsvorgang nicht beschädigt wird, wurden Strukturierungsversuche mit einer Anregung des Cantilevers in z-Richtung unternommen.

Hierzu wurde am Cantileverchip ein piezoelektrisches Element angebracht, das mit einer sinusförmigen Spannung angesteuert werden konnte. Der Cantileverchip – und damit auch der Cantilever selbst – wird so in Schwingungen entlang der z-Achse versetzt.

Abbildung 6.7 zeigt eine mit dieser Methode strukturierte Linie. Der Cantilever wurde mit einer Frequenz von 9.34 kHz und einer Amplitude von 100 mV angeregt. Die Frequenz entsprach einem Resonanzpeak des Cantilever/Cantilever-Chip-Systems. Bei dieser Frequenz wurde die maximale Schwingungsamplitude des Cantilevers mit Hilfe der detektierenden Fotodiode gemessen. Zur Strukturierung der Linie wurde bis etwa zur Hälfte

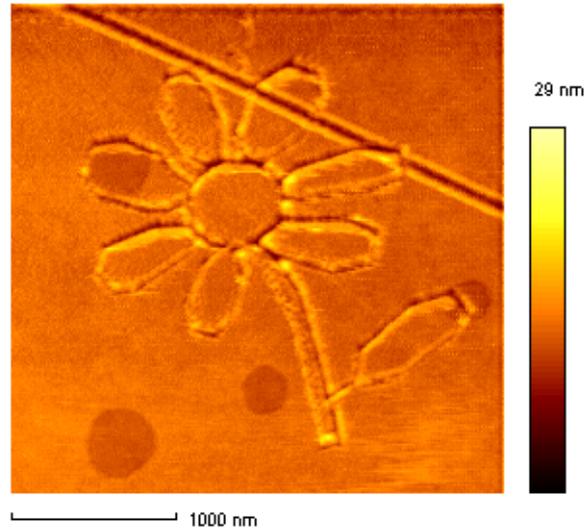


Abbildung 6.6: *Strukturierung einer Blume (Probe PMMA-Alt; unregelte Normalkraftmessung mit Scanfeldgröße $3\ \mu\text{m} \cdot 3\ \mu\text{m}$; Auflösung $512 \cdot 256$ Pixel; Cantilever MDT-NSCS12 E)*

des Bildes die Messspitze in Y-Richtung bewegt, wie dies bei einer normalen Messung unter einem Scanwinkel von 0° der Fall ist. Dies geschah bei deaktivierter z-Anregung. Daraufhin wurde der Scanvorgang angehalten, der Scanwinkel auf 50° eingestellt, die z-Modulation aktiviert und 200 Zeilen im Linescan-Modus, d.h. ohne Vorschub entlang

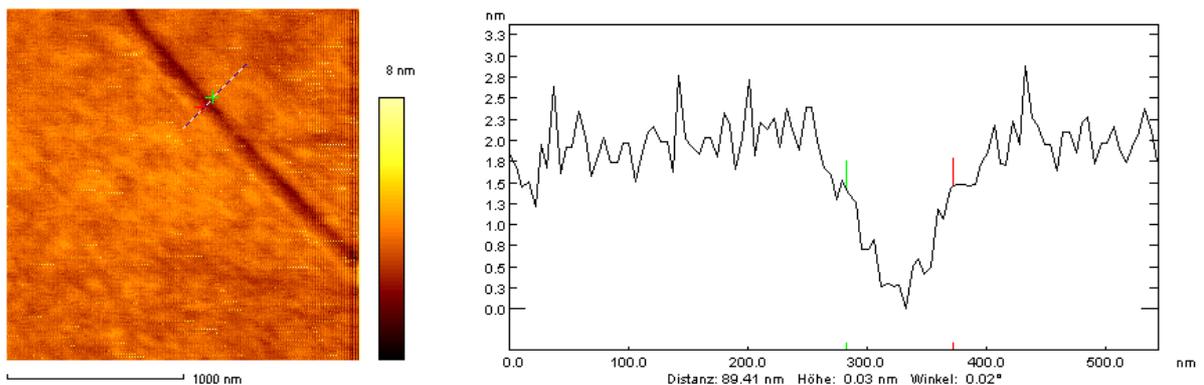


Abbildung 6.7: *Strukturierung einer Linie durch 200 Zeilen Linescan mit z-moduliertem Cantilever ($f=9.34\ \text{kHz}$) unter einem Scanwinkel von 50° (Probe PMMA 2; unregelte Normalkraftmessung mit Scanfeldgröße $2\ \mu\text{m} \cdot 2\ \mu\text{m}$; Auflösung $512 \cdot 256$ Pixel; Cantilever MDT-NSCS12 D)*

der langsamen Scanrichtung, abgefahren. Danach erfolgte die Aufnahme des Messbildes unter einem Scanwinkel von 0° .

Der Einsatz dieser Strukturierungsmethode empfiehlt sich, da PMMA zwar eine hohe Kratzfestigkeit besitzt, aber gegenüber senkrechten Einschlägen empfindlich ist [89]. Das bedeutet, dass der maßgebliche Mechanismus bei der Oberflächenmodifikation von PMMA auf Normalkräften und nicht auf Lateralkräften beruht.

Abbildung 6.8 zeigt das Ergebnis eines weiteren Strukturierungsexperimentes mit z-Modulation des Cantilevers. In diesem Fall reichte es aus, einen Bereich von $2\ \mu\text{m} \cdot 2\ \mu\text{m}$ einmal abzuscannen, um ein tiefes Loch in der PMMA-Schicht zu erzeugen. Der Scanvorgang begann in der linken oberen Ecke, die schnelle Scanrichtung verlief waagrecht. Die Anregungsfrequenz betrug wiederum $9.34\ \text{kHz}$ bei einer Amplitude von $100\ \text{mV}$.

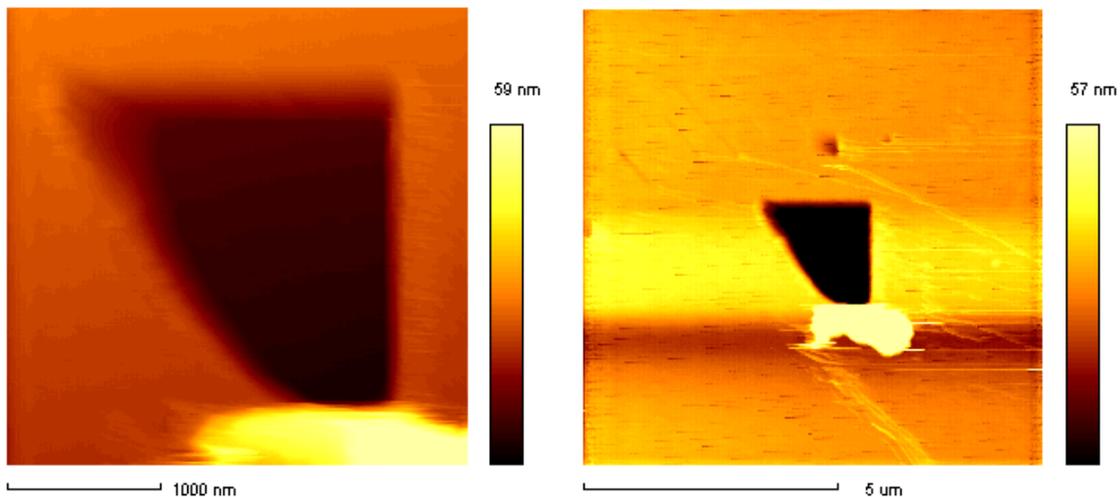


Abbildung 6.8: *Scanfenster nach einmaligem Abscannen eines $2\ \mu\text{m} \cdot 2\ \mu\text{m}$ Bereichs mit z-moduliertem Cantilever ($f=9.34\ \text{kHz}$) (Probe PMMA 2; ungerichtete Normalkraftmessung; links Scanfeldgröße $3\ \mu\text{m} \cdot 3\ \mu\text{m}$, rechts Scanfeldgröße $9\ \mu\text{m} \cdot 9\ \mu\text{m}$; Auflösung $512 \cdot 256$ Pixel; Cantilever MDT-NSCS12 D)*

In Folge des Scanvorgangs wurde der Film unmittelbar zerstört. Der Cantilever hat die herausgebrochene Masse vor sich hergeschoben. Mit fortschreitendem Vorschub entlang der langsamen Scanachse wuchs die Menge des herausgebrochenen Materials stetig an. Dieser Vorgang behinderte zunehmend die Strukturierung, was dazu führte, dass der Film nicht mehr über die volle Breite des Scanbereichs zerstört wurde. Die Asymmetrie des entstandenen Scanfensters ist durch eine Anisotropie beim Strukturierungsvorgang zu erklären, die durch eine leichte Verkippung der Cantileverspitze relativ zur Probenoberfläche verursacht wurde.

In dem Übersichtsbild (Abbildung 6.8 rechts) ist erkennbar, dass sich die aus dem Loch herausgebrochene Masse am unteren Ende des Scanbereichs angesammelt hat. Einzelne Partikel wurden beim nachfolgenden Abbildungsvorgang zeilenweise von der Messspitze vor sich hergeschoben. Sie sind als diagonal nach links unten laufende Streifen erkennbar. Der größte Teil scheint sich allerdings – wie in Abschnitt 6.3 bereits auf kleinerer Skala beobachtet – in einem stabileren Zustand abgelagert zu haben. Weiteres Abscannen des Bereichs führt nur noch zu minimalen Veränderungen des entstandenen Hügels. Die hellen Zonen neben dem Loch bzw. die dunklen Bereiche neben dem Abrauhügel sind durch einen kapazitiven Filter im Messsystem verursachte Artefakte.

Da die Experimente mit einem Anregungspiezoelement am Cantileverchip erfolgreich waren, wurde darüber hinaus untersucht, ob auch durch Modulation der Probe mit Hilfe der z-Komponente des Röhrenscanners eine Strukturierung möglich ist.

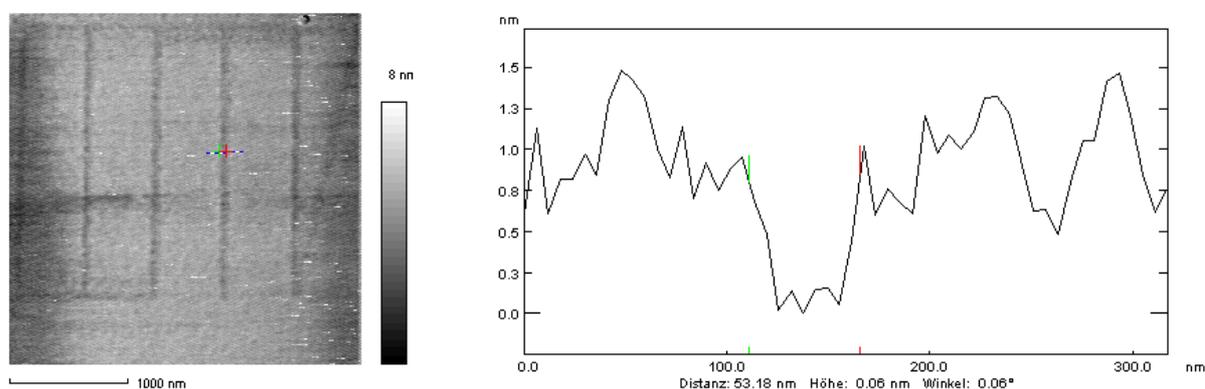


Abbildung 6.9: *Strukturierung von parallelen Gräben mit Anregung des z-Piezoelements (Probe PMMA 4; unregelmäßige Normalkraftmessung mit Scanfeldgröße $3\ \mu\text{m} \cdot 3\ \mu\text{m}$; Auflösung $512 \cdot 256$ Pixel; Cantilever MDT-NSCS11 A)*

Bei dem Strukturierungsexperiment nach Abbildung 6.9 wurde an der z-Komponente des Piezoscanners ein sinusförmiges Signal von 2 kHz mit einer Amplitude von 2 V angelegt. Daraus resultierten ein Höhenunterschied von ca. 750 Ångström bzw. ein Kraftunterschied von ca. $2 \cdot 10^{-7}$ N. Bei dem erzeugten Linienmuster wurde die senkrechte linke Linie einmal, die zweite Linie zweimal, die dritte Linie dreimal, etc. innerhalb eines Strukturierungsdurchlaufes durchfahren. Insgesamt wurde mit 100 Durchläufen strukturiert. Wie zu erkennen ist, ist der Einfluß der Zahl der Abscannvorgänge nur gering. Der rechte Graben ist nur etwas tiefer als der linke. Die Cross-Section zeigt, dass die Tiefe eines Grabens die Grundwelligkeit der Probe leicht übersteigt. Im Vergleich dazu zeigten unmittelbar zuvor durchgeführte Strukturierungsexperimente mit der gleichen Auflagekraft, jedoch ohne z-Modulation, auch nach 2000 Durchläufen nur eine minimale Modifikation der Oberfläche.

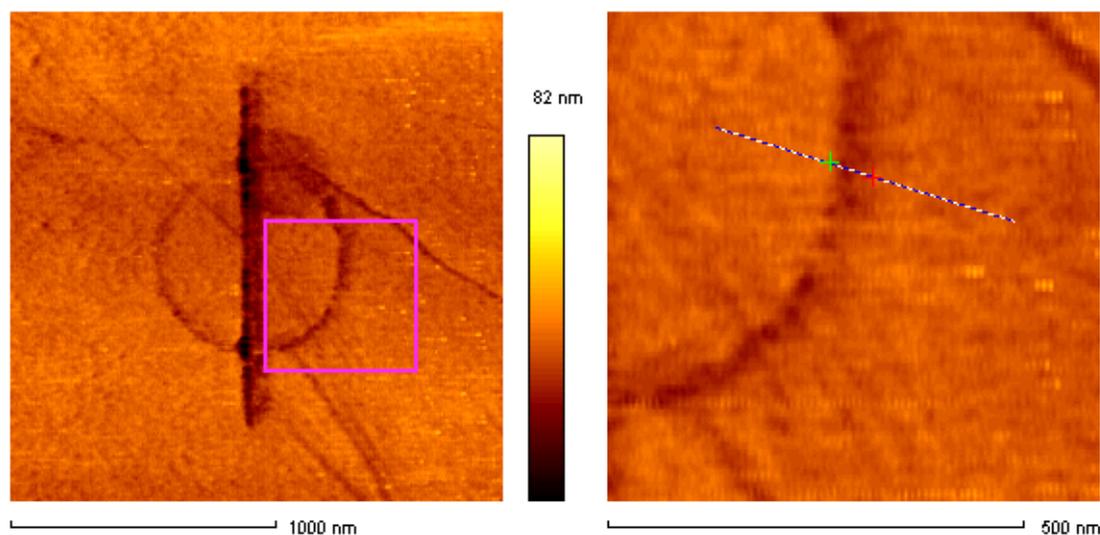


Abbildung 6.10: *Strukturierung feiner Linien (Probe PMMA-Alt; unregelmäßige Normalkraftmessung mit Scanfeldgröße $2\mu\text{m} \cdot 2\mu\text{m}$ (dargestellt links $1.8\mu\text{m} \cdot 1.8\mu\text{m}$, rechts $0.55\mu\text{m} \cdot 0.55\mu\text{m}$); Auflösung $512 \cdot 256$ Pixel; Cantilever MDT-NSCS12 E)*

In Abbildung 6.10 wurde der griechische Buchstabe Φ auf eine PMMA-Oberfläche geschrieben. Diese Strukturierung ist das Ergebnis einer Messserie, bei der die optimalen Parameter zur Strukturierung möglichst feiner Linien gesucht wurden. Bei 2 Durchläufen pro Sekunde und 50 Durchläufen insgesamt wurde das Optimum für den untersuchten PMMA-Film gefunden. Bei einer geringeren Anzahl von Durchläufen wurde die Struktur nicht vollständig geschrieben. Mehr Durchläufe oder eine höhere Strukturierungsgeschwindigkeit resultierten in einer Verbreiterung der einzelnen Linien, wodurch folglich eine größere Materialmenge PMMA freigesetzt wurde. Das herausgebrochene Material setzte sich häufig an der Messspitze fest und verhinderte die Aufnahme eines Messbildes nach der Strukturierung.

Das rechte Einzelbild von Abbildung 6.10 ist eine Ausschnittvergrößerung des linken Messbildes. Die Cross-Section (Abbildung 6.11) zeigt, dass die Breite der geschriebenen Linie bei ca. 50 nm liegt. In [90] wurde mit Hilfe hochauflösender AFM-Messungen nachgewiesen, dass das eingesetzte 950 K PMMA eine mittlere Partikelgröße von 53 nm besitzt. Diese Länge stellt somit eine untere Schranke für die Nanostrukturierung dar.

Die mittlere Linie des Φ wurde bei jedem Durchlauf viermal durchfahren, der Kreis jedoch nur einmal. Daraus resultiert der sichtbare Unterschied in der Linienbreite.

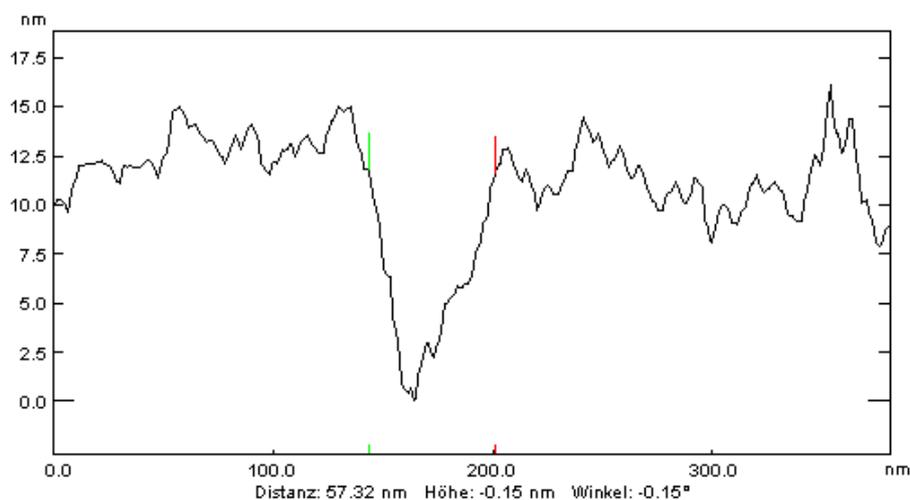


Abbildung 6.11: *Cross-Section entlang der markierten Linie im rechten Einzelbild von Abbildung 6.10*

Die Variation der Stärke des Kreises dürfte durch Unterschiede in der Auflagekraft durch Verkippung der Probe aus der Horizontalen hervorgerufen werden. Bereits eine Verkippung von 2° führt bei einer Bildbreite von $2 \mu\text{m}$ und einem Cantilever mit einer Federkonstanten von 0.25 N/m zu einem Kräfteunterschied von ca. $2 \cdot 10^{-8} \text{ N}$. Relativ zu der Gesamtauflagekraft von ca. 10^{-7} N kann dieser Anteil durchaus einen Einfluss auf das Strukturierungsverhalten haben.

Auch auf diesem Bild sind wieder stark ausgeprägte Spuren durch das abgetragene Material erkennbar, die nach links unten laufen. Nach allen Strukturierungsversuchen auf dickeren PMMA-Filmen erschwerten oder verhinderten die durch die Strukturierung freigesetzten PMMA-Partikel eine störungsfreie Abbildung der Oberfläche im Contact-Mode. Abhilfe kann hier der Einsatz des Non-Contact- oder des Intermittent-Contact-Mode schaffen.

Während aller Strukturierungsexperimente mit PMMA wurden zum Teil nicht nachvollziehbare Verhaltensweisen beobachtet. Manche Filme haben ihre Eigenschaften innerhalb weniger Stunden merklich verändert. So konnte bei einer Probe eine Strukturierung zunächst problemlos ausgeführt werden, nach einer kurzen Zeitspanne war es allerdings nicht mehr möglich, bei gleich eingestellten Parametern feine Strukturen zu erzeugen oder abzubilden (Abbildung 6.12). Der Grund könnte in Variationen der Luftfeuchtigkeit während des Messvorganges gelegen haben. PMMA kann aus der Atmosphäre Wasser bis zu 2% Gewichtsanteil adsorbieren und desorbieren, da die OH-Gruppen polare Wassermoleküle anziehen. Dieser Vorgang ist vollständig umkehrbar [89]. Leider war es aus

technischen Gründen nicht möglich, die Messungen bei einer definierten Luftfeuchtigkeit durchzuführen.

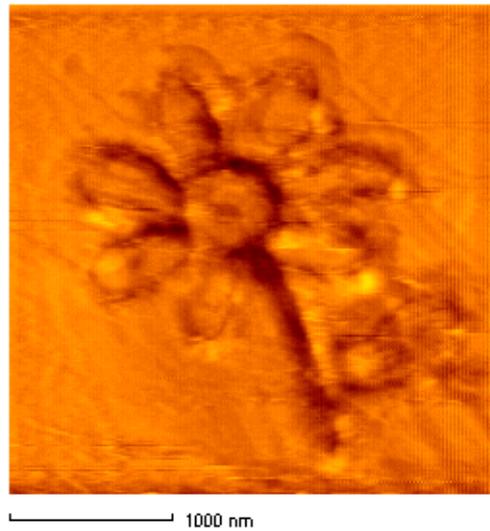


Abbildung 6.12: *Strukturierung einer Blume mit groben Linien (Probe PMMA 2; unregelmäßige Normalkraftmessung mit Scanfeldgröße $6\ \mu\text{m} \cdot 6\ \mu\text{m}$; Auflösung $512 \cdot 256$ Pixel; Cantilever MDT-NSCS12 E)*

6.6 Strukturierung auf Tesa-Film

In [91] wurden ausführliche AFM-Messungen im Intermittent-Contact-Mode an Tesa-Film beschrieben. Bei Tesa-Film handelt es sich um eine handelsübliche Polypropylenfolie. Die Oberflächen der damals untersuchten Proben wurden mit Hilfe eines Laserstrahls belichtet. Dabei entstanden Strukturen mit einer lateralen Ausdehnung von ca. $2\ \mu\text{m}$. Das Ziel dieser Experimente war die Nutzung von Tesa-Film zu Zwecken der Datenspeicherung (“t-rom”).

Im Vergleich zur Laserstrukturierung sollte untersucht werden, ob sich Tesa-Film auch für die mechanische Strukturierung durch eine Rasterkraftmikroskop-Spitze eignet. Zur Untersuchung wurde ein Streifen Tesa-Film auf ein Glasplättchen geklebt, welches wiederum auf einem Objektträger befestigt wurde.

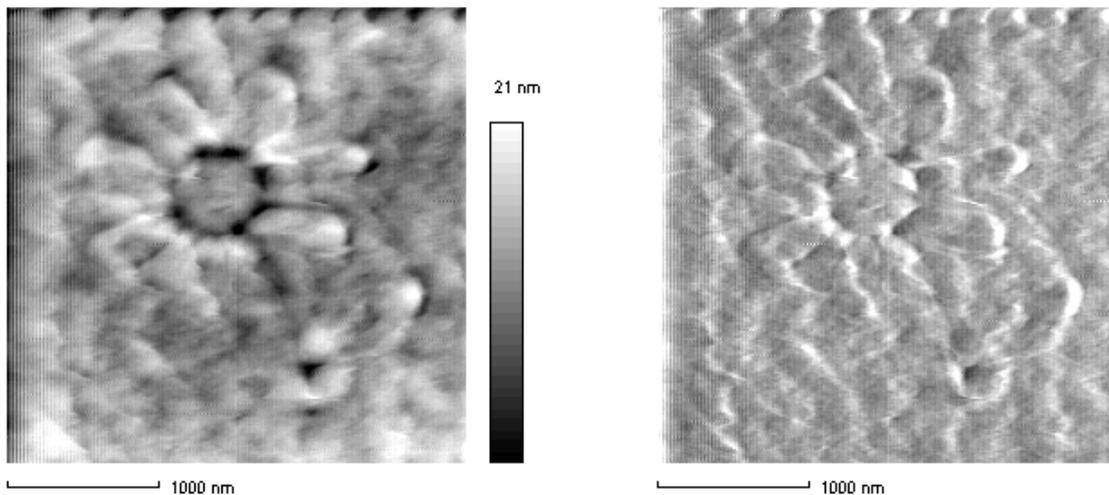


Abbildung 6.13: *Strukturierung auf Tesa-Film: gleichzeitige Messung von Normalkraft (links) und Lateralkraft (rechts) (ungeregelte Messung; Scanfeldgröße $3000\ \text{nm} \cdot 3000\ \text{nm}$; Auflösung $512 \cdot 256\ \text{Pixel}$; Cantilever MDT-NSCS12 E)*

Abbildung 6.6 zeigt das Ergebnis eines Strukturierungsexperimentes auf einer Fläche von $3\ \mu\text{m} \cdot 3\ \mu\text{m}$. Als Testmuster kam die schon aus Abbildung 6.12 bekannte Blumenstruktur zum Einsatz. Die Auflagekraft betrug ca. $10^{-7}\ \text{N}$, die Struktur wurde 1000 mal abgefahren.

Der Tesa-Film weist bei der Strukturierung ein gelartiges Verhalten auf. Die Messspitze scheint die Oberfläche über weite Strecken plastisch zu verzerren, ohne dass Material aus dieser herausgerissen wird. Dieses Verhalten kann durch die sehr große makroskopische

Reißdehnung von 150-300% erklärt werden, d.h. ein Polypropylenfilm kann bis zu 300% seiner Länge gedehnt werden, bevor er reißt. Im Gegensatz dazu liegt die Reißdehnung von PMMA bei nur 2.5-4% [92].

Versuche mit kleinerer Auflagekraft oder geringerer Anzahl von Durchläufen resultierten darin, dass die Struktur nicht vollständig geschrieben wurde. Dies lässt den Schluss zu, dass vielfaches Abfahren zu einem Ermüdungseffekt führt, woraufhin größere Partikel aus der Oberfläche herausgerissen werden. Es scheint nicht zu einem inkrementellen Abtragevorgang zu kommen.

Auch beim Scanvorgang auf Tesa-Film sind Ansätze zur Bildung von ellipsoid-artigen Strukturen zu erkennen, die bereits auf PMMA beobachtet wurden (siehe Abschnitt 6.3). Insbesondere wird dieser Effekt im oberen Bildbereich des Lateralkraftbildes deutlich.

Abbildungen im Contact-Mode erwiesen sich als schwierig, da es beim Abscannen der Tesa-Film-Oberfläche zu den beschriebenen Verzerrungen der Oberfläche kam. Es kann nicht ausgeschlossen werden, dass auch Klebstoffrückstände durch Übertragung von der Rückseite der sich vormals darüber befindlichen Schicht mit Einfluß nahmen.

6.7 Strukturierung von Goldinselfilmen

Zur Gegenüberstellung der Strukturierung auf PMMA- und Goldinselfilmen wurden Strukturierungsexperimente an einem 100 Ångström dicken Goldinselfilm, der auf frisch gespaltenem Glimmer aufgedampft war, durchgeführt. Dieser Goldinselfilm entstand während desselben Aufdampfvorgangs wie die in Abschnitt 5.4.1 untersuchten Filme auf Glas. Bei Glimmer handelt es sich um eine Schichtgitterverbindung. Er spaltet vollkommen entlang der (0001)-Spaltebene. Die dabei entstehende Oberfläche ist über weite Bereiche atomar flach. Bei der untersuchten Probe kann also davon ausgegangen werden, dass die dominierenden topographischen Eigenschaften von der Goldschicht herrühren.

In einem ersten Versuch wurde überprüft, ob die ca. 10^{-7} N große Auflagekraft der Cantileverspitze genügt, um die Oberfläche zu modifizieren. Dazu wurde eine Fläche von 400 nm · 400 nm ca. 70 mal hintereinander mit einer Scanfrequenz von 10 Hz durchlaufen. In der anschließend mit einer Scanfildgröße von 1000 nm · 1000 nm aufgenommenen Abbildung 6.14 liegt der zuvor abgescannte Bereich zentrisch in der Bildmitte. Deutlich ist die Bildung eines Scanfensters zu erkennen. In diesem Bereich sind die vormals vorhandenen Goldcluster zum größten Teil zerstört. Es hat eine Verlagerung von Material von den Clustern in die Bereiche zwischen ihnen stattgefunden. Dafür spricht auch, dass der quadratische Mittenrauwert des Bereichs innerhalb des Scanfensters nur etwa halb so groß ist wie der des ihn umgebenden, nichtmodifizierten Umfelds. Dass der Goldinselfilm nicht vollständig innerhalb des Scanfensters verdrängt wurde, sondern es zu Umverla-

gerungen kam, ist daran erkennbar, dass dort noch starke topographische Strukturen vorhanden sind, welche in dieser Größenordnung nicht vom Substrat stammen können.

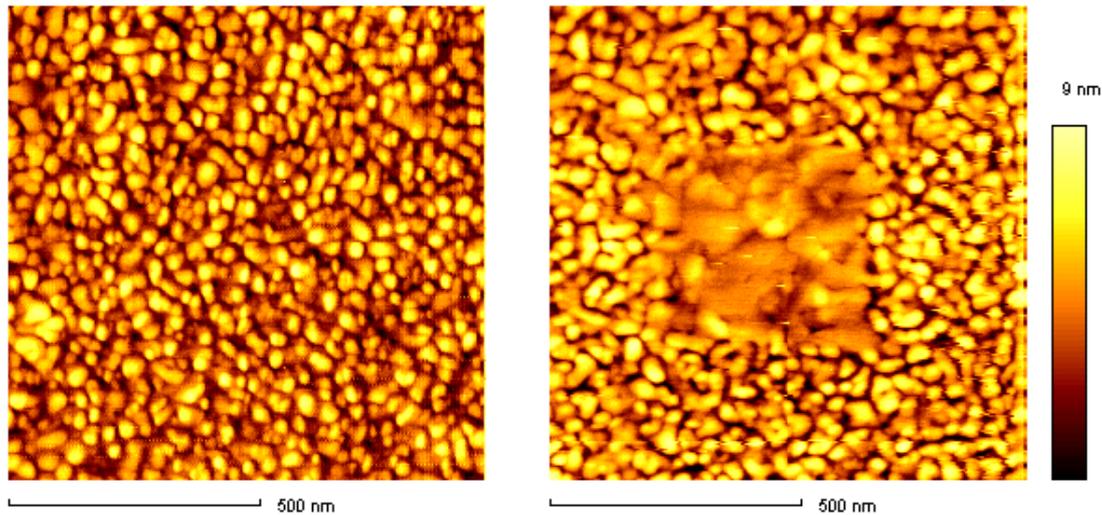


Abbildung 6.14: 100 Å dicker Goldinselfilm auf Glimmer, links: Ausgangszustand, rechts: nach dem Strukturierungsversuch existiert ein quadratisches Scanfenster mit 400 nm Seitenlänge (ungeregelte Normalkraftmessung mit Scanfeldgröße 1000 nm · 1000 nm; Auflösung 512 · 256 Pixel; Cantilever MDT-NSCS12 E)

In [93] wurde gezeigt, dass sich mit dem Rasterkraftmikroskop Strukturen auf dünnen Goldfilmen erzeugen lassen, die eine Linienbreite kleiner 1 μm besitzen. Simulationsrechnungen ergaben, dass dabei lokale Erwärmungen des Goldes in der Größenordnung eines μK auftraten. Die daraus resultierenden Änderungen der Materialeigenschaften spielen eine zu vernachlässigende Rolle bei der Oberflächenstrukturierung.

In Abbildung 6.15 ist das Ergebnis eines ähnlichen Strukturierungsexperiments zu sehen. Durch wiederholtes Abfahren der vorgegebenen Punktfolge wurden tip-induzierte Modifikationen erzeugt. Die Blumenstruktur (linkes Teilbild) wurde 2000 mal bei fünf Durchläufen pro Sekunde durchfahren, die zehn parallelen Linien (rechtes Teilbild) 800 mal. Die Scanfeldgröße betrug jeweils 250 nm · 250 nm.

Es zeigt sich, dass die einzelnen Goldcluster von der Cantileverspitze zerschnitten werden. Das verdrängte Material wird dabei z.T. seitlich neben der Struktur angelagert. Es ist auch nicht auszuschließen, dass bei dem nach der Strukturierung folgenden Abbildungsscanvorgang Material von dem Strukturierungsgebiet auf die restliche Oberfläche verteilt wird. Es kommt jedoch nicht zu Störungen des Abbildungsprozesses durch verdrängtes Material, wie es bei der Strukturierung auf PMMA der Fall ist.

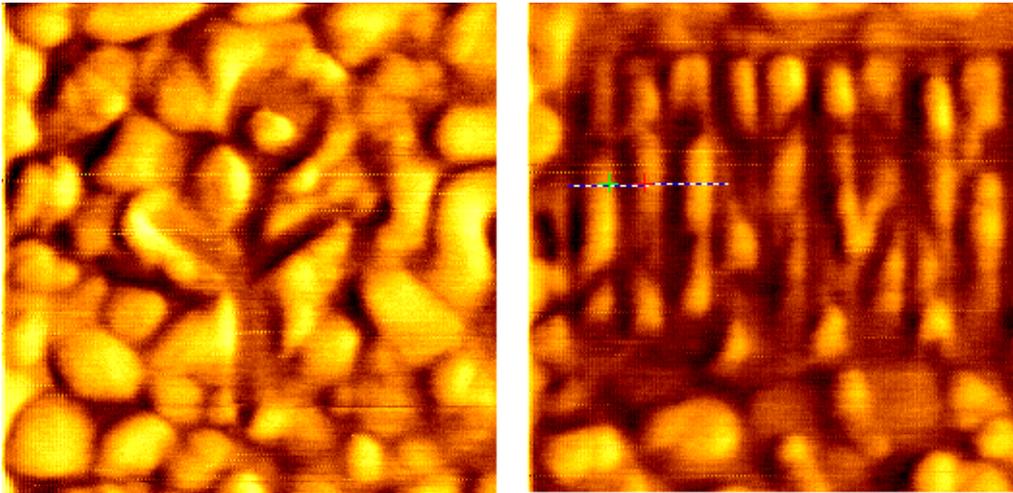


Abbildung 6.15: Zerschneiden von Goldclustern beim Strukturieren auf kleiner Skala: links: Strukturierung einer Blume mit 2000 Durchläufen, rechts: Strukturierung zehn paralleler Linien mit 800 Durchläufen (jeweils unregelmäßige Lateralkraftmessung mit Scanfeldgröße $250\text{ nm} \cdot 250\text{ nm}$; Auflösung $512 \cdot 256\text{ Pixel}$; Cantilever MDT-NSCS12 E)

Die Tatsache, dass innerhalb aller strukturierten Gräben keine merklichen Lateralkraftkontraste erkennbar sind, deutet darauf hin, dass die Strukturierung bis auf die sehr glatte Oberfläche des Glimmeruntergrunds vorgedrungen ist. An solchen Stellen wurde die Goldschicht völlig verdrängt. Bei Strukturierungen mit einer geringeren Anzahl von Durchläufen wurden die Goldcluster nur zum Teil in ihrer Höhe durchgeschnitten, so dass innerhalb der Gräben noch Gold vorhanden war.

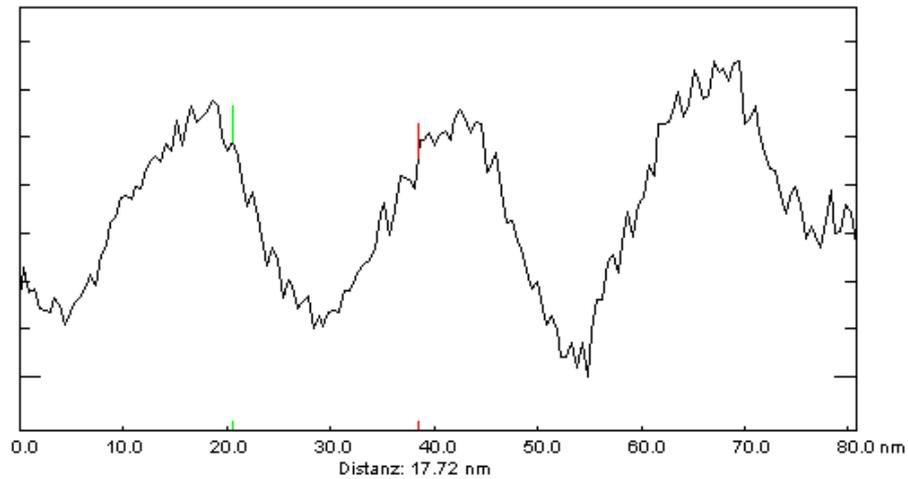


Abbildung 6.16: *Cross-Section entlang der markierten Linie im rechten Einzelbild von Abbildung 6.15*

Zur Beurteilung der Linienbreite der einzelnen Strukturen wurde eine Cross-Section (Abbildung 6.16) durch das Linienmuster des rechten Teilbildes von Abbildung 6.15 erstellt. Dieses zeigt, dass die Linienbreite unterhalb von 20 nm liegt. Bei der Aufnahme der Blume im linken Teilbild von Abbildung 6.15 führte die Drift während des vergleichsweise längeren Strukturierungsvorgangs zu einer Verbreiterung der Gräben.

Um die feinste mögliche Linienbreite zu bestimmen, wurde ein weiteres Strukturierungsexperiment auf einer Fläche von $100\text{ nm} \cdot 100\text{ nm}$ durchgeführt. Hierbei wurde ein Muster von zehn parallelen Linien durch 1500faches Abscannen mit fünf Durchläufen pro Sekunde strukturiert.

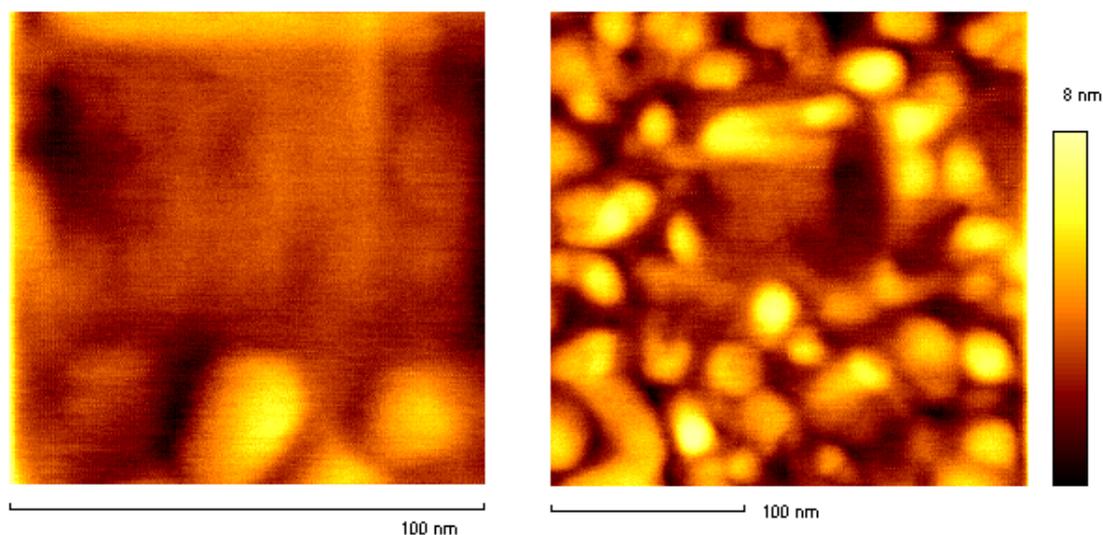


Abbildung 6.17: *Strukturierung von zehn parallelen Linien auf kleiner Skala (links) erzeugt ein flächiges Scanfenster (rechts) (links ungerichtete Lateralkraftmessung mit Scanfeldgröße $100\text{ nm} \cdot 100\text{ nm}$, rechts ungerichtete Normalkraftmessung mit Scanfeldgröße $250\text{ nm} \cdot 250\text{ nm}$; Auflösung $512 \cdot 256$ Pixel; Cantilever MDT-NSCS12 E)*

Auf dem linken Teilbild von Abbildung 6.17 sind nur noch leichte Ansätze von ca. 7 nm breiten Linien zu erkennen. Diese untere Auflösungsgrenze der Strukturierung wird sowohl durch den Radius der strukturierenden Messspitze als auch durch eine thermische oder von dem Piezoscanner verursachte Drift während des fünfminütigen Strukturierungsvorganges bestimmt. Ein Zoom-Out (rechtes Teilbild von Abbildung 6.17) auf einen Ausschnitt von $250\text{ nm} \cdot 250\text{ nm}$ zeigt die strukturierte Fläche als einen ebenen Bereich, auf dem sich keine Clusterstrukturen mehr befinden. Deutlich ist zu sehen, dass am oberen Bildrand Material zusammengeschoben und angelagert wurde.

Im Vergleich zur Strukturierung von Polymeren zeigt sich, dass auf Goldinselfilmen sehr viel kleinere und exaktere Strukturen geschrieben werden können. Dies lässt sich durch die grundlegenden Unterschiede der Materialien erklären. Während bei den Goldinselfilmen inkrementell einzelne Goldatome von der Oberfläche abgetragen werden, werden bei den Polymeren ganze Polymerketten herausgerissen. Bei dem untersuchten 950 K PMMA liegen diese in der Größenordnung von 50 nm.

6.8 Zusammenfassung

Die verschiedenen Oberflächenmodifikations- und Strukturierungs-Experimente führten zu folgenden Ergebnissen:

- Die Oberfläche dünner spingecoateter PMMA-Filme wird durch den Scanvorgang modifiziert. Dabei bilden sich zunächst kleine ellipsoide Partikel, die sich bei weiteren Scandurchläufen zu größeren, länglichen Strukturen zusammenfügen. Die entstandenen Strukturen sind mechanisch stabil. Im zwischenliegenden Bereich wird der PMMA-Film völlig zerstört.
- Eine gezielte Strukturierung auf dickeren PMMA-Filmen ist möglich. Die feinsten dabei erzielbaren Linienbreiten liegen im Bereich von 50 nm. Die nachfolgende Abbildung der Strukturen wird jedoch durch das freigewordene Material beeinträchtigt.
- Durch Einsatz eines in z-Richtung schwingenden Cantilevers lässt sich die Oberfläche von PMMA-Filmen sehr stark modifizieren.
- Die Oberfläche von Polypropylenfilmen wird beim Strukturierungsvorgang zunächst stark verzerrt, bevor bei weiteren Durchläufen größere Partikel aus der Oberfläche gerissen werden.
- Die Strukturierung dünner Goldinselfilme führt zu einem Zerschneiden der einzelnen Goldcluster. Bei einer ausreichenden Anzahl von Strukturierungsdurchläufen reichen die entstandenen Strukturen bis auf das Substrat. Die minimal erreichbare Breite klar definierter Linien liegt bei den gegebenen Randbedingungen bei ca. 20 nm.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Diplomarbeit entstand die Auswertesoftware SXMEdit für die Rastersondenmikroskopie. Die Entwicklung dieser Software vervollständigt das am Institut entwickelte Rasterkraftmikroskop. Durch Integration in die Windows-Umgebung sind eine intuitive Bedienung und ein Datenaustausch mit vielen weiteren Anwendungen gewährleistet. Bei der Konzeption der Software wurde besonderes Augenmerk darauf gelegt, dass keine Begrenzungen existieren, so dass Geschwindigkeit und Leistungsfähigkeit der Software mit zukünftigen Rechnergenerationen steigen.

Im Vordergrund der Entwicklung standen Modularität und Wartbarkeit. Somit ist es möglich, jederzeit weitere Darstellungsformen, zusätzliche Filter, die Unterstützung für neue Bild- und Messformate und weitergehende Auswerteroutinen in die Software zu integrieren. Hierzu stellt SXMEdit ein Gerüst wiederverwertbarer Funktionen zur Verfügung. Eine genaue Beschreibung der nötigen Schritte zur Erweiterung der Software ist enthalten.

Einen Schwerpunkt der Auswertesoftware SXMEdit stellen die Berechnungsfunktionen für die Rauheitsanalyse dar. Zur Bestimmung der Rauheitswerte existieren eine Vielzahl von Funktionen, die in die Software integriert wurden. Definitionen von zweidimensionalen Rauheitswerten fanden dabei ihre Erweiterung auf drei Dimensionen. Die Rauheitsanalysen wurden auf verschiedene Goldinselfilme auf Glas angewandt. Dabei zeigte sich, dass die Filme zum Teil durch ihre Vorgeschichte bereits deutliche Veränderungen erfahren hatten, welche sich auf die Rauheitswerte auswirkten.

Es wurden verschiedene auf Rauheitswerten basierende Verfahren zur Bestimmung von charakteristischen lateralen Größen von Oberflächenstrukturen in die Auswertesoftware implementiert und auf die Goldinselfilme angewandt. Dabei zeigte sich, dass sich insbesondere mit der sogenannten Kachelmethode laterale Längenabhängigkeiten von Oberflächen gut bestimmen lassen. Eine auf dieser Methode basierende vollautomatische Auswertung ist denkbar.

Einen weiteren Schwerpunkt der Diplomarbeit bildete die Untersuchung von Oberflächenmodifikationen und der Nanostrukturierung von Polymerfilmen. Schon früh zeigte

sich, dass es bei der Abbildung dünner durch Spin-Coating erzeugter PMMA-Filme mit Hilfe des Rasterkraftmikroskops im Contact-Mode zu einer erheblichen Modifikation der Oberfläche kommt. Nähere Untersuchungen ergaben, dass zunächst einzelne PMMA-Partikel auf der Schicht verschoben werden und sich im Laufe des weiteren Scannens linienförmige Strukturen orthogonal zur Scanrichtung aus einer größeren Anzahl von Partikeln ausbilden. In diesen Strukturen ist das PMMA in einem mechanisch stabilen Zustand angeordnet. Zur zerstörungsfreien Abbildung dünner PMMA-Filme bieten sich für weitergehende Experimente die Anwendung des Intermittent-Contact-Mode oder Messungen unter Flüssigkeit an.

Beim gezielten “Fräsen” von Mustern in die Oberfläche dickerer PMMA-Filme zeigte sich eine untere Auflösungsgrenze von ca. 50 nm. Kleinere Strukturen ließen sich nicht erzeugen. Eine starke Einschränkung bei diesen Experimenten stellte das durch den Fräsvorgang freigesetzte Material dar, welches die spätere Abbildung behinderte.

Mit der sogenannten Modulationstechnik, also der Anwendung einer Modulation des Spitzen-Proben-Abstandes, konnten auf PMMA in kurzer Zeit tiefe Strukturen erzeugt werden. Ein flächiges Abscannen führte zu einer totalen Zerstörung des Films. Dieses Ergebnis korreliert mit der Eigenschaft von PMMA, gegenüber Kräften senkrecht zur Oberfläche sehr empfindlich zu sein.

Zur Gegenüberstellung zu den Experimenten auf PMMA-Filmen wurden Strukturierungsversuche auf einer Polypropylenfolie und auf einem dünnen Goldinselfilm durchgeführt. Hierbei zeigte sich, dass Polypropylen für die gezielte Erzeugung feiner Muster nur wenig geeignet ist, da die Messspitze in einer größeren Umgebung Modifikationen hervorruft. Auf dem Goldinselfilm konnten dagegen Linien mit einer Breite von 20 nm erzeugt werden. Dabei wurden die einzelnen Goldcluster von der Messspitze bis auf das Glimmersubstrat zerschnitten.

Das Rasterkraftmikroskop stellt für Manipulationen von Oberflächen auf der Nanometer- und Mikrometerskala ein ideales Werkzeug dar. Neben der gezielten Modifikation von Oberflächen ist unmittelbar auch die Abbildung der erzeugten Strukturen möglich. Da hierbei dreidimensionale Messdaten aufgenommen werden, kann eine numerische Auswertung zur Bestimmung verschiedenster Oberflächendaten direkt erfolgen. AFM-Messungen sind nur mit geringem experimentellen Aufwand verbunden und können bei Umgebungsbedingungen durchgeführt werden. Somit stellt das Rasterkraftmikroskop ein geeignetes Instrument zur Erzeugung von Nanodevices für verschiedenste physikalische Experimente dar.

Literaturverzeichnis

- [1] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, E. Weibel: *Tunneling through a controllable vacuum gap.*; Appl. Phys. Lett. **40** (2) 1982, S. 178-180
- [2] G. Binnig, H. Rohrer: *Scanning tunneling microscopy - from birth to adolescence*; Rev. Mod. Phys **59** (3) 1987, S. 615-625
- [3] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, E. Weibel: *7x7 Reconstruction on Si(111) Resolved in Real Space*; Phys. Rev. Lett. **50** (2) 1983, S. 120-123
- [4] G. Binnig, C. F. Quate, C. Gerber: *Atomic Force Microscope*; Phys. Rev. Lett. **56** (9) 1986, S. 930-933
- [5] Institut für Festkörperphysik, Universität Hannover: *Rasterkraftmikroskopie*; <http://www.fkp.uni-hannover.de/FKP/RESEARCH/LAB209/AFM/afm.html>
- [6] Y. Martin, C.C. Williams, H. K. Wickramasinghe: *Atomic force microscope - force mapping and profiling on a sub 100 Å scale*; J. Appl. Phys. **61** (10) 1987, S. 4723-4729
- [7] R. Erlandsson, G. M. McClelland, C. M. Mate, S. Chiang: *Atomic force microscopy using optical interferometry*; J. Vac. Sci. A **6** (2) 1988, S. 266-270
- [8] D. Rugar, H. J. Mamin, R. Erlandsson, J. E. Stern, B. D. Terris: *Force microscopy using a fiber-optic displacement sensor*; Rev. Sci. Instrum. **59** (11) 1988, S. 2337-2340
- [9] G. Meyer, N. M. Amer: *Novel optical approach to atomic force microscopy*; Appl. Phys. Lett. **53** (12) 1988, S. 1045-1047
- [10] S. Alexander, L. Hellemans, O. Marti, J. Schnei, V. Elings, P. K. Hansma, M. Longmira, J. Gurley: *An atomic-resolution atomic-force microscopy implemented using an optical lever*; J. Appl. Phys. **65** (1) 1989, S. 164-167

- [11] R. Linnemann, T. Gotszalk, I. W. Rangelow, P. Dumania, E. Oesterschulze: *Atomic force microscopy and lateral force microscopy using piezoresistive cantilevers*; J. Vac. Sci. Technol. B **14** (2) 1996, S. 856-860
- [12] Peter Schunk: *Untersuchung von Oberflächen und Oberflächenprozessen mit dem Rasterkraftmikroskop*; Diplomarbeit, Universität Karlsruhe 1998
- [13] O. Marti, J. Colchero: *Reibungsmikroskopie*; Phys. Bl. **48** 1992, Nr. 12, S. 1007
- [14] Park Scientific Instruments: *A Practical Guide to Scanning Probe Microscopy*; <http://www.park.com/spmguide/contents.htm>
- [15] W. Finkelnburg: *Einführung in die Atomphysik*; Springer-Verlag, Berlin 1964, S. 435
- [16] J. N. Israelachvili, R. M. Pashley: *Molecular layering of water at surfaces and origin of repulsive hydration forces*; Nature **306** 1983, S. 249
- [17] H. G. Hansma, J. Vesenka, C. Siegerist, G. Kelderman, G. Morret, R. L. Sinsheimer, V. Elings, C. Bustamante, P. K. Hansa: *Reproducible Imaging and Dissection of Plasmid DNA Under Liquid with the Atomic Force Microscope*; Science **256** 1992, S. 1180-1184
- [18] G. Meyer, N. M. Amer; Appl. Phys. Lett. **53** 1988, S. 2400
- [19] U. Hartmann: *van der Waals interactions between sharp probes and flat sample surfaces*; Phys. Rev. B **43** (3) 1991, S. 2404-2407
- [20] E. Meyer, H. Heinzelmann: *Scanning Force Microscopy (SFM)*; in R. Wiesendanger, H.-J. Güntherodt: *Scanning Tunneling Microscopy II*. Springer Series in Surface Science 28, Second Edition, Springer-Verlag, Berlin 1995
- [21] Charles Kittel: *Einführung in die Festkörperphysik*; R. Oldenburg Verlag, München 1980, S. 99
- [22] Walter J. Moore, Dieter O. Hummel: *Physikalische Chemie*; Walter de Gruyter, New York 1986, S. 149
- [23] Y. Martin, H. K. Wickramasinghe: *Magnetic imaging by "force microscopy" with 1000 Å resolution*; Appl. Phys. Lett. **50** 1987, S. 1455
- [24] Philip C. D. Hobbs, David W. Abraham, H. K. Wickramasinghe: *Magnetic force microscopy with 25 nm resolution*; Appl. Phys. Lett. **55** (22) 1989, S. 2357-2359
- [25] Y. Martin, D. W. Abraham, H. K. Wickramasinghe: *High-resolution capacitance measurement and potentiometry by force microscopy*; Appl. Phys. Lett. **52** (13) 1988, S. 1103-1105

- [26] M. Nonnenmacher, M. P. O'Boyle, H. K. Wickramasinghe: *Kelvin probe force microscopy*; Appl. Phys. Lett. **58** (25) 1992, S. 2921-2923
- [27] C. Mathew Mate, Gary M. McClelland, Ragnar Erlandsson, Shirley Chian: *Atomic-Scale Friction of a Tungsten Tip on a Graphite Surface*; Phys. Rev. Lett. **59** (17) 1987, S. 1942-1945
- [28] S. Graftström, J. Ackermann, T. Hagen, R. Neumann, O. Probst: *Analysis of lateral force effects on the topography in scanning force microscopy*; J. Vac. Sci. Technol. B **12** (3) 1994, S. 1559-1564
- [29] G. Shang, X. Qiu, C. Wang, C. Bai: *Analysis of lateral force contribution to the topography in contact mode AFM*; Appl. Phys. A **66** 1998, S. 333-335
- [30] P. Maivald, H. J. Butt, S. A. C. Gould, C. B. Prater, B. Drake, J. A. Gurley, V. B. Ellings, P. K. Hansma: *Using force modulation to image surface elasticities with the atomic force microscope*; Nanotechnology **2** 1991, S. 103-106
- [31] M. Radmacher, R. W. Tillmann, M. Fritz, H. E. Gaub: *From Molecules to Cells: Imaging Soft Samples with the Atomic Force Microscope*; Science **257** 1992, S. 1900-1905
- [32] Q. Zhong, D. Inniss, K. Kjoller, V. B. Ellings: *Fractured polymer/silica fiber surface studied by tapping mode atomic force microscopy*; Surf. Sci. Lett. **290** 1993, S. L688-L692
- [33] IDE: *Datenblatt PD-Luftfederisolatoren*
- [34] M. Locatelli, G. Lamboley, J. P. Michenaud, V. Bayot: *Easy method to characterize a piezoelectric ceramic tube as a displacer*; Rev. Sci. Instrum. **59** (4) 1988, S. 661-663
- [35] C. J. Chen: *Electromechanical deflections of piezoelectric tubes with quartered electrodes*; Appl. Phys. Lett. **60** 1992, S. 132-134
- [36] L. Hadjiiski, S. Münster, E. Oesterschulze, R. Kassung: *Neural network correction of nonlinearities in scanning probe microscope images*; J. Vac. Sci. Technol. B **14** (2) 1996, S. 1563-1568
- [37] T. R. Albrecht, S. Akamine, T. E. Carver, C. F. Quate: *Microfabrication of cantilever styli for the atomic force microscope*; J. Vac. Sci. Technol. A **8** (4) 1990, S. 3386-3396
- [38] Thomas R. Albrecht, Calvin F. Quate: *Atomic resolution with atomic force microscope on conductors and nonconductors*; J. Vac. Sci. Technol. A **6** (2) 1988, S. 271-274

- [39] Park Scientific Instruments: Datenblatt zu *Microlever - Silicon Nitride Cantilever*
- [40] Silicon-MDT Ltd.: Datenblätter zu *CONTACT Ultrasharp silicon cantilevers CSC11/Si3N4*, *CONTACT Ultrasharp silicon cantilevers CSC11/TiO*, *NONCONTACT Ultrasharp silicon cantilevers NCSC11/Si3N4*, *NONCONTACT Ultrasharp silicon cantilevers NSCS12/Si3N4*
- [41] Park Scientific Instruments: *User's Manual and Reference Guid for STM-SA1 Scanning Tunneling Microscope & SFM-BD2 Scanning Force Microscope*; Sunnyvale, CA 1992
- [42] Thomas Fiedler: *Nanostrukturierung mit der Spitze eines Rasterkraftmikroskopes*; Diplomarbeit, Universität Karlsruhe 1998
- [43] J. W. Tukey: *Exploratory Data Analysis*; Addison-Wesley, Reading, Mass. 1971
- [44] B. I. Jususson: *Median Filtering: Statistical Properties*; in *Two-Dimensional Signal Processing II*, T. S. Huang, Springer, Berlin 1981, S. 161-196
- [45] J. W. Cooley, J. W. Tukey: *An Algorithm for the Machine Calculation of Complex Fourier Series*; *Math. Computation* **19** 1965, S. 297-301
- [46] William H. Press: *Numerical Recipes in C*; Cambridge University Press, Cambridge 1992, S. 521-524
- [47] Takuya Ooura: *General Purpose FFT (Fast Fourier/Cosine/Sine Transform) Package*; <http://momonga.t.u-tokyo.ac.jp/~ooura/fft.html>
- [48] The National Center for Supercomputing Applications, University of Illinois at Urbana-Champaign: *HDF Reference Manual v4.1r3*; ftp://ftp.ncsa.uiuc.edu/HDF/HDF/Documentation/HDF4.1r3/Ref_Manual/RefMan41r3.pdf
- [49] The National Center for Supercomputing Applications, University of Illinois at Urbana-Champaign, *HDF User's Guide v4.1r3*, ftp://ftp.ncsa.uiuc.edu/HDF/HDF/Documentation/HDF4.1r3/Users_Guide/UG41r3.pdf
- [50] Dr. Thomas Pingel, Thermo Microscopes/ATOS GmbH: *Persönliche Mitteilung via eMail*
- [51] Christian Klinke: *Programmvorlage zur Konvertierung von Oberflächendaten in VRML*
- [52] Jef Poskanzer: *Portable Gray File Format*; <http://wotsit.org/cgi-bin/download.cgi?pgm>
- [53] Wim Wouters: *BMP Format - Window Bitmap File Format Specifications*; <http://wotsit.org/cgi-bin/download.cgi?bmpfrmat>

- [54] Aldus/Microsoft Technical Memorandum: *Tagged Image File Format 5.0*
- [55] David McDuffee: *Targa Image File Formats*; <http://wotsit.org/cgi-bin/download.cgi?tga>
- [56] Dean Ansley, ZSoft Corporation: *ZSoft PCX File Format Technical Reference Manual*; <http://wotsit.org/cgi-bin/download.cgi?pcx>
- [57] Jef Poskanzer: *Portable Pixmap File Format*; <http://wotsit.org/cgi-bin/download.cgi?ppm>
- [58] Paul Haeberli, Silicon Graphics Computer Systems: *The SGI Image File Format, Draft Version 0.97*; <http://wotsit.org/cgi-bin/download.cgi?sgiimage>
- [59] Richard J. Simon: *Windows NT Win32 API Superbible*; Waite Group Press 1997, S. 581-668
- [60] Charles Petzold: *Programming Windows 95*; Microsoft Press, Redmond 1996
- [61] K. L. Westra, D. J. Thomson: *Effect of tip shape on surface roughness measurements from atomic force microscopy images of thin films*; J. Vac. Sci. Technol. B **13** 1995, S. 344-349
- [62] A. Mannelquist, N. Almqvist, S. Fredriksson: *Influence of tip-geometry on fractal analysis of atomic force microscopy*; Appl. Phys. A **66** 1998, S. 891-895
- [63] S. Dongmo, P. Vautrot, N. Bonnet, M. Troyon: *Correction of surface roughness measurements in SPM imaging*; Appl. Phys. A **66** 1998, S. 819-823
- [64] J. Jørgensen: *Onlinehilfe zu SPIP - Scanning Probe Image Processor*
- [65] Horst Sorg: *Praxis der Rauheitsmessung und Oberflächenbeurteilung*; Hanser Verlag, München 1995
- [66] S. Kitching, P. M. Williams, C. J. Roberts, M. C. Davies, S. J. B. Tendler: *Quantifying surface topography and scanning probe image reconstruction*; J. Vac. Sci. Technol. B **17** (2) 1999, S. 273-279
- [67] K. J. Stout, P. J. Sullivan, W. P. Dong, E. Mainsah, N. Luo, T. Mathia, H. Zahouani: *The development of methods for the characterizat on of roughness in three dimensions*; Publication no. EUR 15178 EN of the Commission of the European Communities, Luxembourg 1994
- [68] G. Barbato, K. Carneiro, D. Cuppini, J. Garnaes, G. Gori, G. Hughes, C. P. Jensen, J. F. Jørgensen, O. Jusko, S. Livi, H. McQuoid, L. Nielsen, G. B. Picotto, G. Wilkening: *Scanning tunneling microscopy methods for roughness and micro hardness*

- measurements; Synthesis report for research contract with the European Union under its programme for applied metrology, European Commission Catalogue number: CD-NA-16145 EN-C, Brussels, Luxemburg 1995
- [69] Silicon-MDT Ltd.: Datenblatt zu *Ultrasharp silicon gratings set TGS01*
- [70] Harald Beyer: *Charakterisierung und Strukturierung von Oberflächen mit dem Rastersondenmikroskop*; Diplomarbeit, Universität Karlsruhe 1997
- [71] A. Berlinger: *Dynamics of gold cluster systems*; Appl. Phys. A **68** (4) 1999, S. 403-405
- [72] James D. Kiely, Dawn A. Bonnel: *Quantification of topographic structure by scanning probe microscopy*; J. Vac. Sci. Technol. B **15** (4) 1997, S. 1483-1493
- [73] Benoit B. Mandelbrot: *The Fractal Geometry of Nature*; W.H. Freeman and Company, New York 1982
- [74] B. Dubuc, S. W. Zucker, C. Tricot, J. F. Quiniou, D. Wehbi: *Evaluating the fractal dimension of surfaces*; Proc. R. Soc. Lond. A **425** 1989, S. 113-127
- [75] Edwin A. Abbott: *Flatland*; Seeley & Co, London 1884
- [76] R. Wiesendanger: *Fabrication of nanometer structures using STM*; Appl. Surf. Sci. **54** 1992, S. 271-277
- [77] U. Staufer, R. Wiesendanger, L. Eng, L. Rosenthaler, H. R. Hidber, H.-J. Güntherodt, N. Garcia: *Nanometer scale structure fabrication with the scanning tunneling microscope*; Appl. Phys. Lett. **51** (4) 1987, S. 244-246
- [78] C. Van Haesendonck, L. Stockman, G. Neuttiens, C. Strunk, Y. Bruynseraede: *Nanolithographic patterning of Au films with a scanning tunneling microscope*; J. Vac. Sci. Technol. B **13** (3) 1995, S. 1290-1293
- [79] Th. Schimmel, R. Kemnitzer, J. Küppers, H. Fuchs, M. Lux-Steiner: *Writing and deleting atomic scale structures with the scanning tunneling microscope*; Thin Solid Films **254** 1995, S. 147-152
- [80] H. J. Mamin: *Thermal writing using a heated atomic force microscope tip*; Appl. Phys. Lett. **69** (3) 1996, S. 433-435
- [81] J. Jersch, F. Demming, K. Dickmann: *Nanostructuring with laser radiation in the nearfield of a tip from a scanning force microscope*; Appl. Phys. A **64** (5) 1997, S. 29-32
- [82] Christian Klinke: *Rasterkraftmikroskopie an der Phasengrenze fest/flüssig*; Diplomarbeit, Universität Karlsruhe 1999

- [83] B. D. Terris, S. A. Rishton, H. J. Mamin, M. E. Best, J. A. Logan, D. Rugar: *Atomic force microscope-based data storage using replicated media*; J. Vac. Sci. Technol. B **15** (4) 1997, S. 1584-1587
- [84] Dunbar P. Birnie III: *The Key Stages in Spin Coating*; University of Arizona 1998, <http://www.mse.arizona.edu/faculty/birnie/Coatings/SpinCoat.htm>
- [85] University of California, College of Engineering, Department of Electrical Engineering and Computer Sciences, Semiconductor Manufacturing Laboratory: *Spin Coating*; <http://kestrel.cchem.berkeley.edu/SMART/Spin-Coating.htm>
- [86] W. A. Whitaker III: *Acrylic Polymers: A Clear Focus*; Medical Plastics and Biomaterials Jan 1996, S. 12, <http://www.devicelink.com/mpb/archive/96/01/001.html>
- [87] Hans-Georg Elias: *Polymere - von Monomeren und Makromolekülen und Werkstoffen*; Hüthig und Wepf, Heidelberg 1996
- [88] J. B. Peng, G. T. Barnes: *Ellipsoid-like structures formed by atomic force microscopy in Langmuir-Blodgett films of PMMA*; Thin Solid Films **284-285** 1996, S. 444-449
- [89] Brian Whittaker: *Environmental Effects in PMMA Dosimeters*; <http://www.his.com/~mcs/Whittaker.html>
- [90] Elizabeth A. Dobisz, Susan L. Brandow, Eric Snow, Robert Bass: *Atomic force microscope studies of nanolithographic exposure and development of polymethylmethacrylate*; J. Vac. Sci. Technol. B **15** (6) 1997, S. 2318-2322
- [91] Heiko Richter: *Rasterkraftmikroskopie im Intermittent-Contact-Mode*; Diplomarbeit, Universität Karlsruhe 1999
- [92] Goodfellow On-line Catalogue; <http://www.goodfellow.com>
- [93] H. Göbel, P. von Blanckenhagen: *Atomic force microscope as a tool for metal surface modifications*; J. Vac. Sci. Technol. B **13** (3) 1995, S. 1247-1251