

Kapitel 2: Rasterkraftmikroskopie (RKM)

2.1 Kurze Einführung

Obwohl sich die Rasterkraftmikroskopie [BQ86] in den letzten Jahren zu einer Standardmethode der Oberflächenanalyse entwickelt hat, soll dennoch auf die elementaren Prinzipien kurz eingegangen werden, insofern dies zum Verständnis dieser Arbeit notwendig ist. Dabei wird besonderes Gewicht auf den Einfluß der endlichen Größe des Meßsensors gelegt werden, ein Sachverhalt, welcher häufig nicht ausreichend berücksichtigt wird. Beginnen wollen wir aber mit dem schematischen Aufbau eines Rasterkraftmikroskops.

2.1.1 Arbeitsprinzip

Die Rasterkraftmikroskopie ist eine spezielle Form der Rastersondenmikroskopie (RSM). Hierbei rastert eine feine Spitze über die zu untersuchende Probe und die Wechselwirkungskräfte zwischen Sensor und Probe werden gemessen. Die nachfolgende Beschreibung eines Rasterkraftmikroskops (ebenfalls mit RKM abgekürzt) soll keineswegs als umfassend verstanden werden, sondern lediglich die in dieser Arbeit beschriebenen Messungen verständlicher machen. Will man sich ausführlich über die RKM oder allgemein die RSM informieren, so sei die Internetseite "www.scanning-force-microscopy.de" des Autors als geeigneter Startpunkt empfohlen.

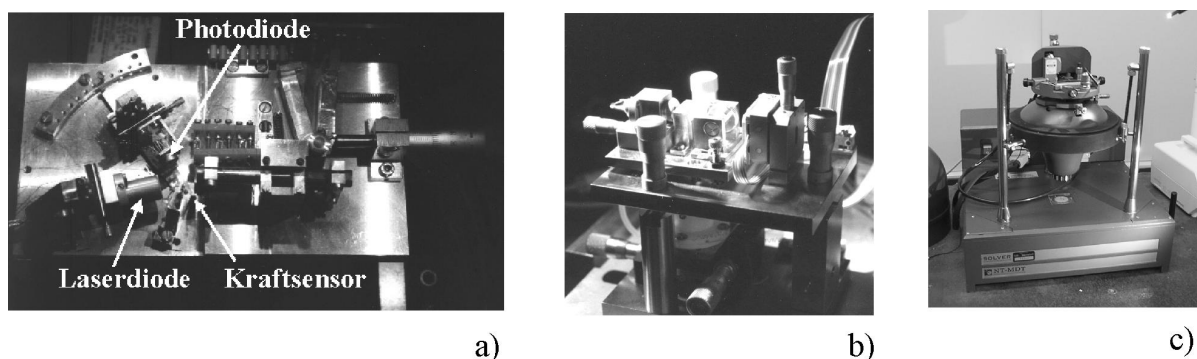


Abb. 2.1:

a) Blick von oben auf unser "Luft-RKM", vgl. auch schematisches Bild 2.2. Die Bildbreite entspricht etwa 20 cm. b) Naßzellen-RKM. Der gegenüber a) sozusagen "gekippte" Aufbau ermöglicht es auch, unter Flüssigkeiten zu messen. c) kommerzielles System von NT-MDT.

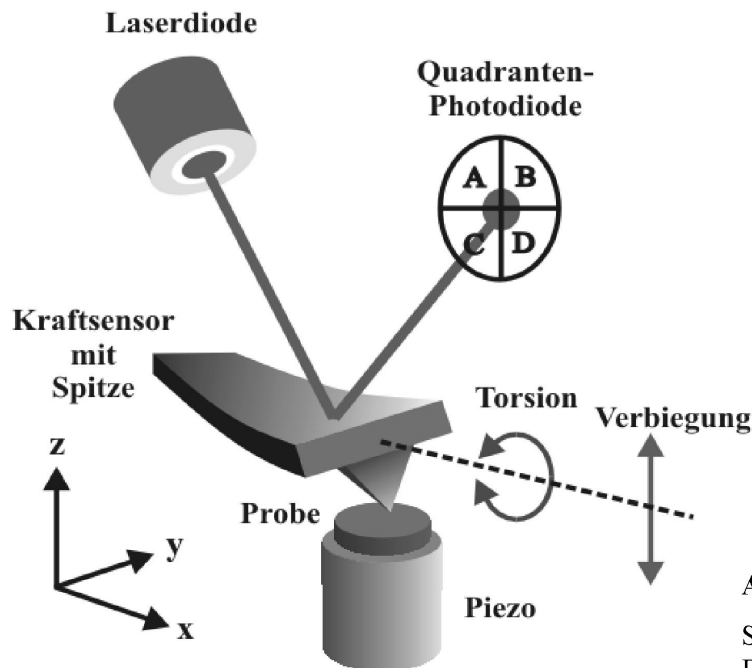


Abb. 2.2:

Schema eines Rasterkraftmikroskops.
Details siehe Text.

Bei den für diese Arbeit verwendeten RKM handelt es sich um zwei gruppenintern gebaute Geräte (Abb. 2.1 a und b) und ein kommerziell erhältliches RSM-System der Firma NT-MDT (Typ: Solver, Abb. 2.1 c). Alle drei Systeme verwenden die sogenannte Lichtzeigermethode und rastern die Probe mittels segmentierter Zylinder-Piezokristalle, welche die Probe in x-, y- und z-Richtung mit sub-nm Genauigkeit bewegen können, unter einem (meist) balkenförmigen Kraftsensor zeilenweise ab (siehe Abb. 2.2). Arbeitet das Mikroskop z.B. im sogenannten Kontaktmodus, so hat der Kraftsensor mit seiner meist pyramidenförmigen Spitze stets Kontakt mit der Probe. Durch topographische Strukturen (Erhöhungen oder Vertiefungen) auf der Probenoberfläche wird es dann zu einer vertikalen Verbiegung des Balkensensors kommen, während laterale Kräfte auf die Spitze (z.B. durch veränderte Reibungskräfte auf der Probenoberfläche) zu einer Torsion des Sensors führen (falls senkrecht zur langen Sensorachse gerastert wird). Diese sehr kleinen Bewegungen des Sensors werden registriert, indem man einen feinen Laserstrahl auf dessen reflektierende Rückseite fokussiert und den umgelenkten Strahl mit einer ortsempfindlichen Photodiode registriert. Meist handelt es sich dabei um eine Quadrantenphotodiode, wie auch in Abb. 2.2 angedeutet. Die Differenz der Ströme aus oberer und unterer Hälfte (im Bild: $\{A+B\}-\{C+D\}$) der Diode ist ein direktes Maß für die vertikale Verbiegung des Sensors, während die entsprechende Differenz aus linker und rechter Hälfte ($\{A+C\}-\{B+D\}$) die Torsion des Balkens widerspiegelt. Laterale und vertikale Kräfte auf den Sensor können also simultan gemessen werden. Um eine Vorstellung von den verwendeten Sensoren zu erhalten, ist in Abb. 2.3 eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines solchen Sensors gezeigt.

Bevor in 2.2. diese Sensoren behandelt werden, befassen sich die folgenden Abschnitte zunächst mit den verschiedenen Meßmodi, welche in dieser Arbeit eine Rolle spielen.

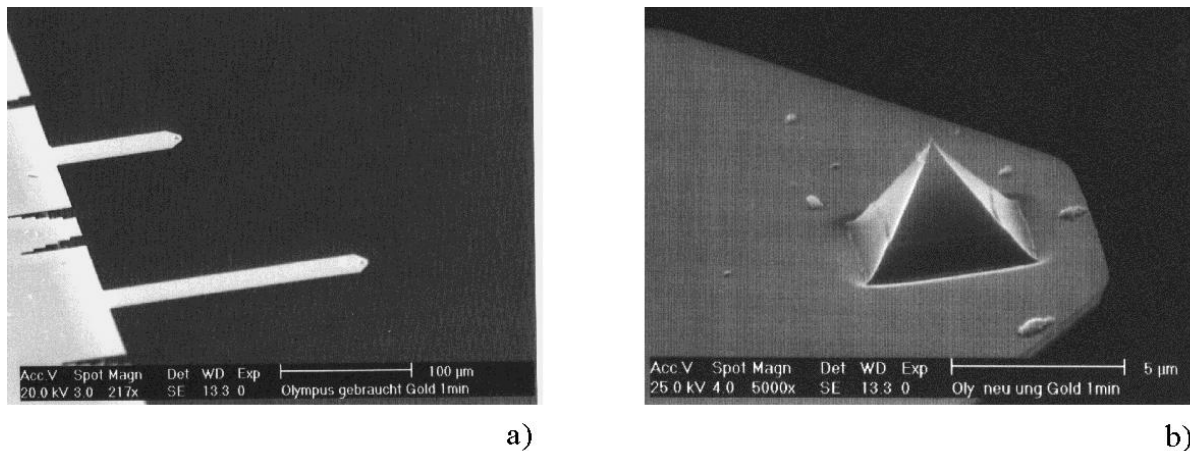


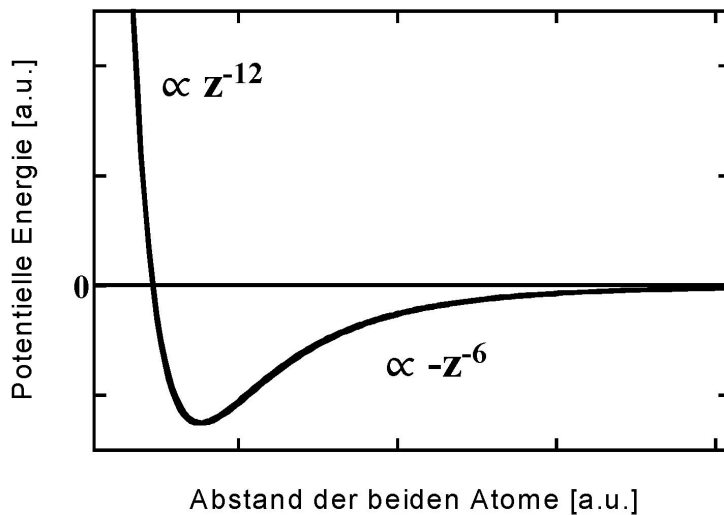
Abb. 2.3:

a) Rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahme eines Balkensensors, wie er u.a. in dieser Arbeit verwendet wurde. Die gesamte Länge des Balkens beträgt etwa $200\ \mu\text{m}$, die Breite ca. $10\ \mu\text{m}$. **b)** Im Vergleich zu a) leicht gekippter und vergrößerter Ausschnitt des Sensors. Die pyramidale Spitze ist deutlich zu erkennen. Am höchsten Punkt der Pyramide kann der Sensor beinahe als Halbkugel mit einem Radius $R \sim 20\ \text{nm}$ betrachtet werden, was jedoch wesentlich kleiner als die Auflösung dieses REM-Bildes ist. Für die Abbildung wurde eine dünne Schicht Gold aufgetragen (ca. $10\ \text{nm}$).

2.1.2. Meßmodi

Betriebsmodus konstanter Kraft

Bei den meisten Messungen in dieser Arbeit wurde das RKM im Modus konstanter Kraft (engl. constant-force mode) betrieben. Deshalb werden wir auf diesen Modus etwas genauer eingehen. Beim "Constant-Force"-Modus handelt es sich um einen Kontaktmodus, d.h. Sensor und Probe berühren sich während der gesamten Messung permanent. Wie der Name schon andeutet, wird dabei die Kraft, welche auf den Sensor einwirkt, stets konstant gehalten, worauf wir später zurückkommen werden. Zunächst betrachten wir die Kräfte, welche zwischen der Oberfläche und dem Sensor wirken. Obwohl es sicher realistischere Potentiale gibt (siehe z.B. [S91], [BC92]), ist es im allgemeinen ausreichend, sich die Wechselwirkung zwischen Sensor und Probe phänomenologisch gemäß einem Lennard-Jones-Potential vorzustellen, welches eigentlich die Wechselwirkung zwischen zwei Edelgasatomen beschreibt:

**Abb. 2.4:**

Schematische Darstellung des Lennard-Jones-Potentials, das eigentlich die Wechselwirkung zwischen zwei Edelgasatomen beschreibt, phänomenologisch aber auch als Modell für die Wechselwirkung zwischen RKM-Sensor und Probe verwendet werden kann.

$$V(z) = -\left(\frac{A}{z}\right)^6 + \left(\frac{B}{z}\right)^{12},$$

wobei A, B - anzupassende Parameter,
z - Abstand zwischen den beiden Atomen,

siehe dazu auch Abb. 2.4. Dabei wirken bis in eine relativ große Distanz (Größenordnung 100 nm) die stets vorhandenen attraktiven van der Waals-Kräfte, die auf Dipol-Dipol-Wechselwirkungen zwischen den Atomen und Molekülen beruhen. Bei sehr starker Annäherung bis auf wenige nm kommt es schließlich wegen des Pauli-Prinzips zu einer lokalen und sehr starken Abstoßung. Befindet sich die Apparatur an Luft, so dominieren anstatt der van der Waals-Kräfte attraktive Kapillarkräfte, die aufgrund eines Meniskus kondensierten Wassers oder anderer Adsorbate zwischen Spitze und Probe entstehen und sich durch

$$F = 4 \cdot \pi \cdot R \cdot \gamma \cdot \cos(\vartheta),$$

mit R - Krümmungsradius der Spitze,
 γ - Oberflächenspannung der Flüssigkeit,
 ϑ - Kontaktwinkel zwischen Spitze und Meniskus,

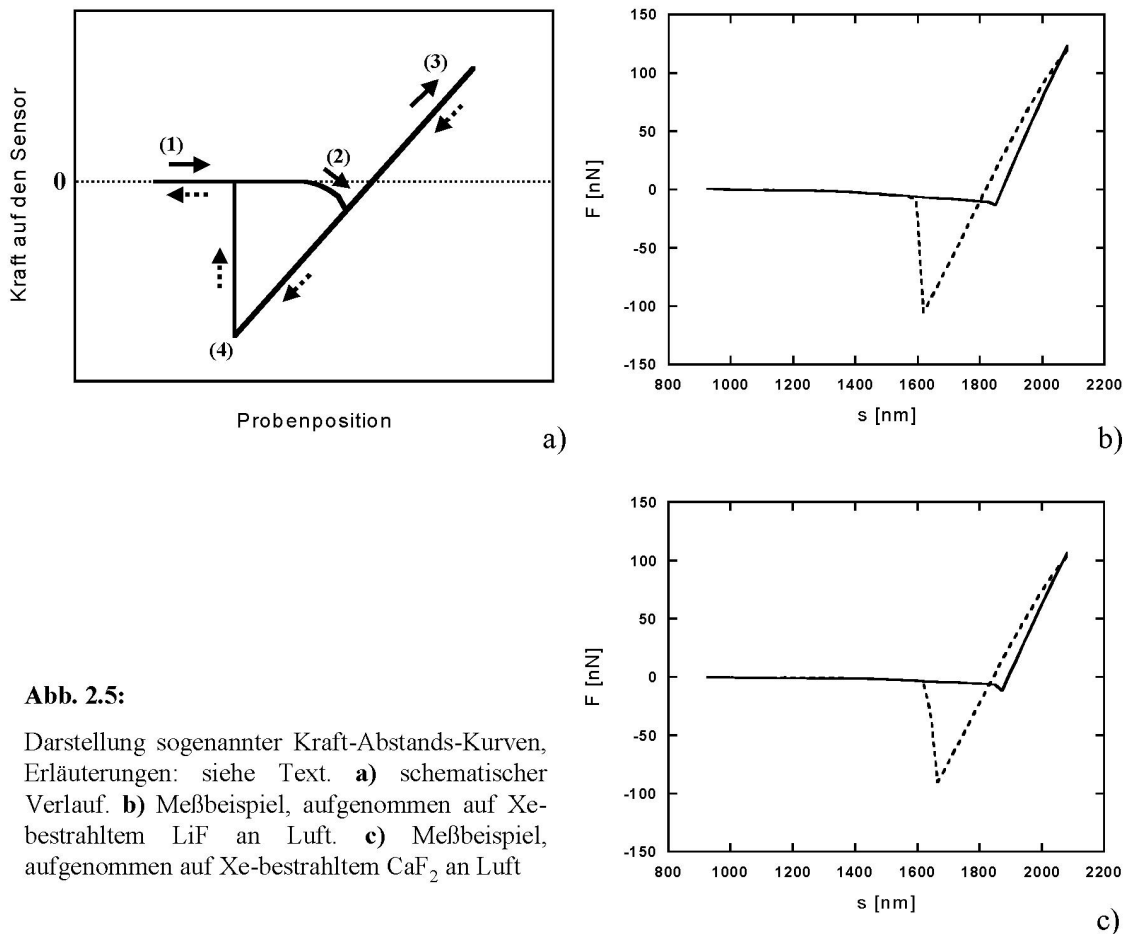


Abb. 2.5:

Darstellung sogenannter Kraft-Abstands-Kurven, Erläuterungen: siehe Text. **a)** schematischer Verlauf. **b)** Meßbeispiel, aufgenommen auf Xe-bestrahltem LiF an Luft. **c)** Meßbeispiel, aufgenommen auf Xe-bestrahltem CaF₂ an Luft

abschätzen lassen ([I85]). Sie sind üblicherweise von der Größenordnung 100 nN. Weitere, bisher nicht erwähnte, z.B. elektrostatische oder magnetische Wechselwirkungen können zu diesen Kräften hinzukommen, die dann eine quantitative Betrachtung wesentlich schwieriger machen, sich aber für weitere Anwendungen des Rasterkraftmikroskops verwenden lassen. Solche rein qualitativen Aussagen sind beim Betrieb eines RKM jedoch keineswegs ausreichend, weswegen man sogenannte Kraft-Abstands-Kurven (siehe [BC89]) aufnimmt, um quantitative Aussagen über die wirkenden Kräfte machen zu können. Dabei wird die Probe (oder der Sensor, je nach Bauart des RKM) in definierter Weise verschoben und die Verbiegung des Sensors gemessen, wodurch sich, wenn man davon ausgeht, daß der Sensor dem Hookeschen Gesetz gehorcht (d.h. daß die Auslenkung der wirkenden Kraft proportional ist), unmittelbar die Kraft auf den Sensor ergibt (die Federkonstanten für die verwendeten Kraftsensoren werden vom Hersteller angegeben). Der schematische Verlauf einer solchen Kurve ist in Abb. 2.5 a dargestellt, typische gemessene Kurven für LiF und CaF₂ sieht man in Abb. 2.5 b und c. Ist der Abstand zwischen Probe und Sensor noch recht groß, so wird keine meßbare Kraft ausgeübt, und es ist keine Auslenkung detektierbar (1). Hat man den Sensor

bis auf wenige nm angenähert, so erfährt die Spitze eine zunehmende, attraktive Kraft. Erst wenn der Gradient dieser Kraft die Federkonstante des Sensors überschreitet, springt der Sensor an die Probe heran (2). Anschließend folgt die Verbiegung des Sensors der Bewegung der Probe (3). Zieht man jetzt die Probe in umgekehrter Richtung wieder zurück, so springt die Spitze erst dann wieder von der Probenoberfläche zurück, wenn die Spannkraft des Sensors die attraktive Kraft zwischen Spitze und Probe überschreitet (4). Man erkennt an den Meßbeispielen, daß die Kurven für Hin- und Rückbewegung sich im repulsiven Bereich nicht decken. Dies kann aber leicht durch die Piezohysterese, also die Nichtlinearität des Piezos, erklärt werden. Aus der maximalen Auslenkung des Sensors läßt sich die Abreißkraft berechnen. In der Praxis versucht man bei einer möglichst großen Vorspannung der Feder zu messen, so daß die resultierende Auflagekraft möglichst gering ist, d.h. man versucht, ganz in der Nähe des Abreißpunktes (4) zu messen. Da es schwierig ist, diesen Punkt zu treffen und während der Messung zu halten, sowie wegen der relativ starken Schwankung der Adhäsionskraft, läßt sich die Auflagekraft während der Messung nur größenordnungsmäßig angeben. Falls im folgenden nicht ausdrücklich etwas anderes gesagt wird, so bewegt sich die Auflagekraft gemäß den vorangehenden Ausführungen stets in der Größenordnung von ungefähr 10 nN. Dabei muß beachtet werden, daß im hier betrachteten "Constant-Force"-Modus im Rahmen der Regelgenauigkeit diese Wechselwirkungskraft zwischen Spitze und Probe, wie bereits früher erwähnt, stets auf einem konstanten Wert gehalten wird, indem der Rückkoppelkreis den Piezo in z-Richtung ausdehnt oder verkürzt, so daß die Auslenkung des Sensors sich nicht ändert. Auf diese Weise enthält das Regelsignal unmittelbar die Topographie der Oberfläche. Die Lateralkraftbilder zu interpretieren ist etwas schwieriger, eine genaue theoretische Darstellung der wirkenden Kräfte findet man bei [GA94] und [GM93], so daß hier nur auf die Ergebnisse eingegangen werden soll. Es sei angenommen, daß die Topographie der Probenoberfläche durch die Funktion $s(x,y)$ beschrieben wird und die Reibungskräfte dem phänomenologischen Amontonschen Gesetz folgen, d.h. die Reibung sei proportional zur wirkenden Normalkraft mit dem Reibungskoeffizienten μ . Dann ergibt sich (bei schnellem Rastern senkrecht zur Längsachse des Balkensensors, d.h. in $\pm y$ -Richtung) die Lateralkraft F_y , die eine Verdrillung des Sensors um die Längsachse bewirkt, zu

$$F_y = -(F_L + F_A) \cdot \left(\frac{\partial s(x,y)}{\partial y} \pm \mu \right)$$

wobei F_A - attraktive Adhäsionskraft, die sich an Luft aus dem praktisch immer vorhandenen Wassermeniskus am Spitze-Probe-Kontakt ergibt,
 F_L - durch die Balkenfeder ausgeübte Kraft (bei einer Vorspannung kann diese durchaus negativ sein, d.h. solange sie kleiner als F_A bleibt, kann dies zur Verminderung der Auflagekraft ausgenutzt werden).

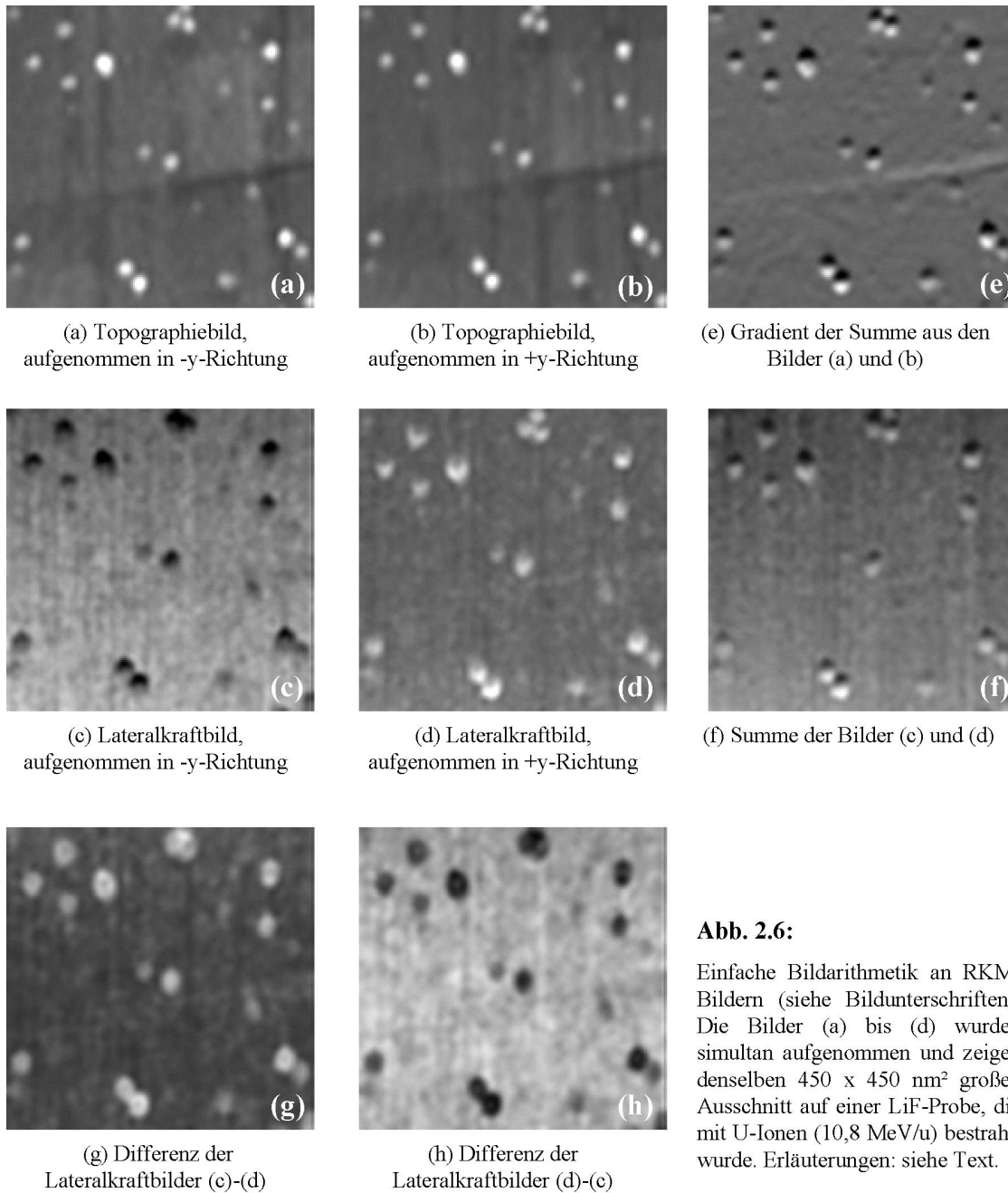


Abb. 2.6:

Einfache Bildarithmetik an RKM-Bildern (siehe Bildunterschriften). Die Bilder (a) bis (d) wurden simultan aufgenommen und zeigen denselben $450 \times 450 \text{ nm}^2$ großen Ausschnitt auf einer LiF-Probe, die mit U-Ionen (10,8 MeV/u) bestrahlt wurde. Erläuterungen: siehe Text.

Hieran sieht man noch einmal deutlich, wie es möglich ist, die Auflagekraft effektiv zu reduzieren. Dazu ist lediglich eine Vorspannung der Balkenfeder erforderlich, welche der

attraktiven Adhäsionskraft zumindest größtenteils entgegenwirkt. Man spricht von einer Messung im attraktiven Bereich. Zusätzliches Drücken auf die Probe erhöht die Auflagekraft $F_L + F_A$ und verschiebt den Kraftkontakt in den repulsiven Bereich. Ferner wird auch klar, daß man keineswegs mit verschwindender Auflagekraft mißt, falls der Sensor entspannt auf der Probe liegt, vielmehr ist dann lediglich F_L gerade Null und die Auflagekraft entspricht der Adhäsions- oder Abreißkraft. Die prinzipielle Richtigkeit dieser Formel läßt sich leicht durch einfache Bildarithmetik überprüfen (siehe dazu Abb. 2.6). Man kann z.B. die beiden Lateralkraftbilder (c) und (d) addieren, dadurch wird der richtungsabhängige Reibungsanteil eliminiert und man erhält ein Bild, welches nur noch die mit einem Faktor 2 versehene Ableitung der Topographie enthält (f). Zu praktisch demselben Ergebnis gelangt man, wenn man die beiden Topographiebilder addiert und anschließend den Gradienten bildet (e). Subtrahiert man dagegen die beiden Lateralkraftbilder voneinander, so bleibt ein Bild übrig, welches dann nur noch Reibungsinformationen enthält.

Kraftmodulation

Der Kraftmodulationsmodus arbeitet in erster Näherung genauso wie der Constant-Force-Modus und erlaubt ebenfalls, topographische Bilder aufzunehmen. Jedoch wird (in unserem Fall) zusätzlich zum üblichen Rückkoppelsignal eine schnelle Oszillation auf die z-Achse des Rasterpiezos gegeben. Hierfür wird die Referenzfrequenz eines Lock-in-Verstärkers verwendet. Diese Schwingung sollte dabei so hochfrequent sein (üblicherweise einige kHz), daß sie dem relativ langsameren Regelkreis sozusagen gar nicht mehr auffällt. D.h., ein zum Regeln benützter Integrator integriert über einige vollständige Schwingungen und erzeugt somit im Mittel keinen Unterschied im Regelsignal. Mit Hilfe des Lock-in-Verstärkers mißt man nun die Amplitudenänderung des Sensors (über das Photodiodensignal) (siehe Abb. 2.7).

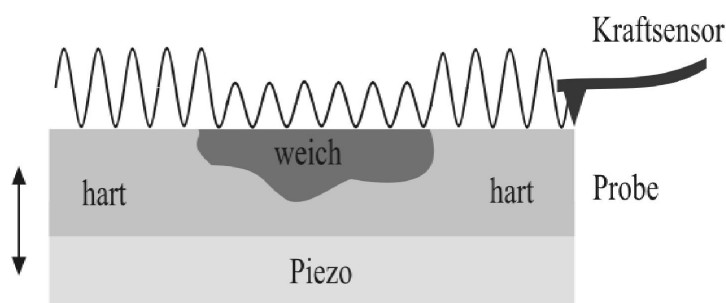


Abb. 2.7:

Schematische Darstellung des Kraftmodulations-Modus. Die zusätzliche Vibration der Probe erfolgt so schnell, daß sie den Rückkopplekreis nicht beeinflussen kann. Näheres: siehe Text.

Diese Amplitude ist ein Maß für die elastischen Eigenschaften der Probe und wird in einem zusätzlichen Bild registriert. Ausführliche Beschreibungen findet man z.B. in [B94], [MB91] und [NA96].

TappingTM bzw. Semi-Kontakt

TappingTM ist eingetragenes Warenzeichen von Veeco (früher Digital Instruments), weswegen dieser Meßmodus z.B. von NT-MDT auch als Semi-Kontakt bezeichnet wird. In dieser Betriebsart wird der Kraftsensor bei seiner Resonanzfrequenz (oft einige hundert kHz) durch einen zusätzlichen Piezo (Dickenschwinger) zum Schwingen angeregt. Der Sensor wird knapp oberhalb der Probe positioniert, so daß es nur während eines kleinen Zeitintervalls innerhalb einer einzelnen Schwingung zu einem Kontakt zwischen Sensor und Oberfläche kommt. Die Spitze tippt (engl.: "tap") sozusagen nur immer wieder auf die Probe.

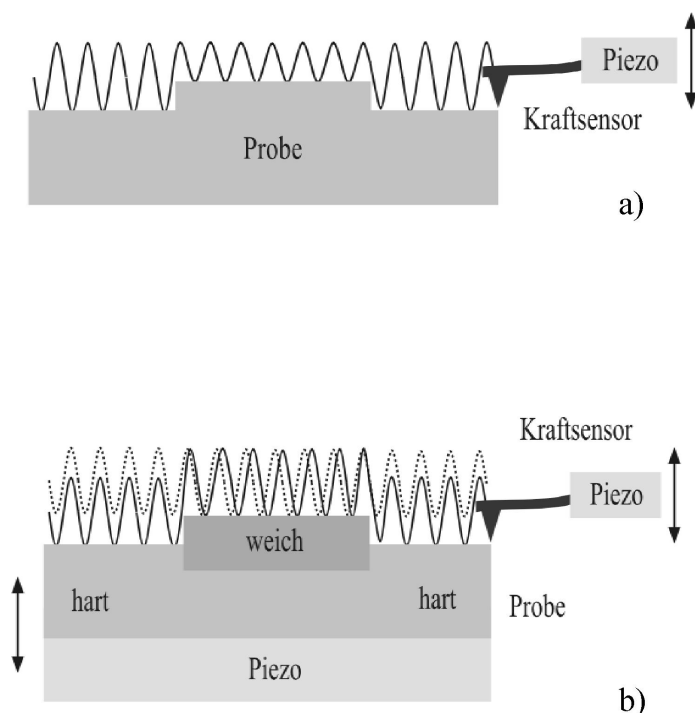


Abb. 2.8:

Schematisch: Semi-Kontakt-Modus. Der Sensor wird durch einen zusätzlichen Piezo zu einer Schwingung angeregt und so an die Probe angenähert, daß es nur während eines geringen Teils einer Sensorschwingung zu einem Kontakt zwischen Probe und Spitze kommt. **a)** Die Schwingungsamplitude ist abhängig vom Abstand zwischen Probe und Spitze. In der Praxis wird so nachgeregelt, daß die Amplitude konstant gehalten wird. **b)** Mechanische Eigenschaften der Probe beeinflussen die Phasenverschiebung zwischen anregender (gestrichelt angedeutet) und beobachteter (durchgezogene Linie) Schwingung.

Erhöhungen und Vertiefungen auf der Probe führen dann zu einer Veränderung der Schwingungsamplitude des Sensors (Abb. 2.8 a). In Analogie zum Constant-Force-Modus wird deshalb im Semi-Kontakt durch den Regelkreis diese Amplitude nahezu konstant gehalten. Auch hier enthält dann das Regelsignal unmittelbar die Topographie (siehe Schema in Abb. 2.8 b). Zusätzlich hat man den Vorteil, daß durch die äußerst kurzen Kontaktzeiten

laterale Kräfte beinahe bedeutungslos werden. In allen Fällen, bei denen Lateralkräfte problematisch sind und evtl. sogar die Spitze verändert werden könnte (z.B. beim Abrastern recht großer Strukturen und Bereiche), ist deswegen der Semi-Kontakt von erheblichem Vorteil. Zusätzlich kann die Phasenverschiebung zwischen anregender Oszillation und Schwingung des Sensors gemessen und als sogenanntes Phasenkontrastbild dargestellt werden. Die Theorie zum Phasenkontrast ist nicht ganz einfach. Im wesentlichen spiegelt dieser jedoch mechanische Eigenschaften wie Härte, Viskosität, Reibung, Adhäsion und Elastizität auf der Probe wider, d.h. chemisch unterschiedliche Bereiche der Probe ergeben verschiedene Kontraste, auch bei ebener Topographie. Als Beispiel dafür zeigt Abb. 2.9 die Oberfläche eines Polymergemischs (entnommen aus [BP02]).

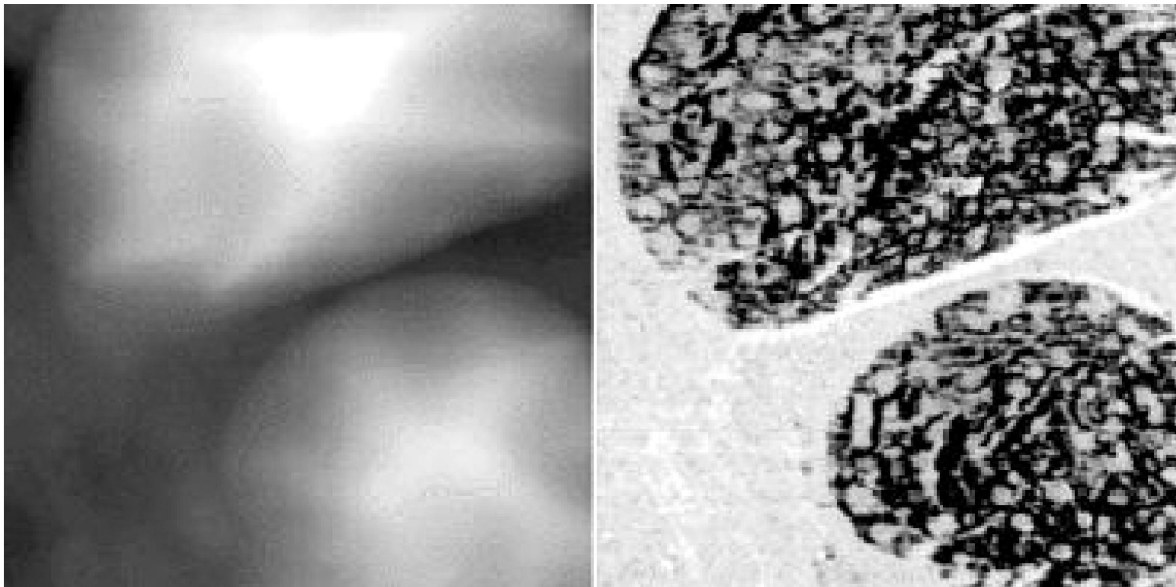


Abb. 2.9:

a) Tapping-Bild eines zweiphasigen Polymers (ca. $3\ \mu\text{m} \times 3\ \mu\text{m}$). **b)** Simultan mit a) aufgenommenes Phasenkontrastbild. Die beiden unterschiedlichen Polymerphasen sind deutlich zu erkennen.

Entnommen aus: K.L. Babcock, C.B. Prater: "Phase imaging: beyond topography", digital instruments: <http://www.di.com/AppNotes/Phase/PhaseMain.html>.

2.2. Spitzenartefakte und deren Korrektur

2.2.1. Simulation von RKM

In diesem Abschnitt soll gezeigt werden, wie es mit verhältnismäßig einfachen Mitteln möglich ist, den RKM-Abbildungsvorgang zu simulieren. Dadurch wird dann auch bereits

klar werden, wie sehr die endliche Ausdehnung, d.h. insbesondere ein endlicher Krümmungsradius der RKM-Sensorspitze das Ergebnis beeinflussen kann.

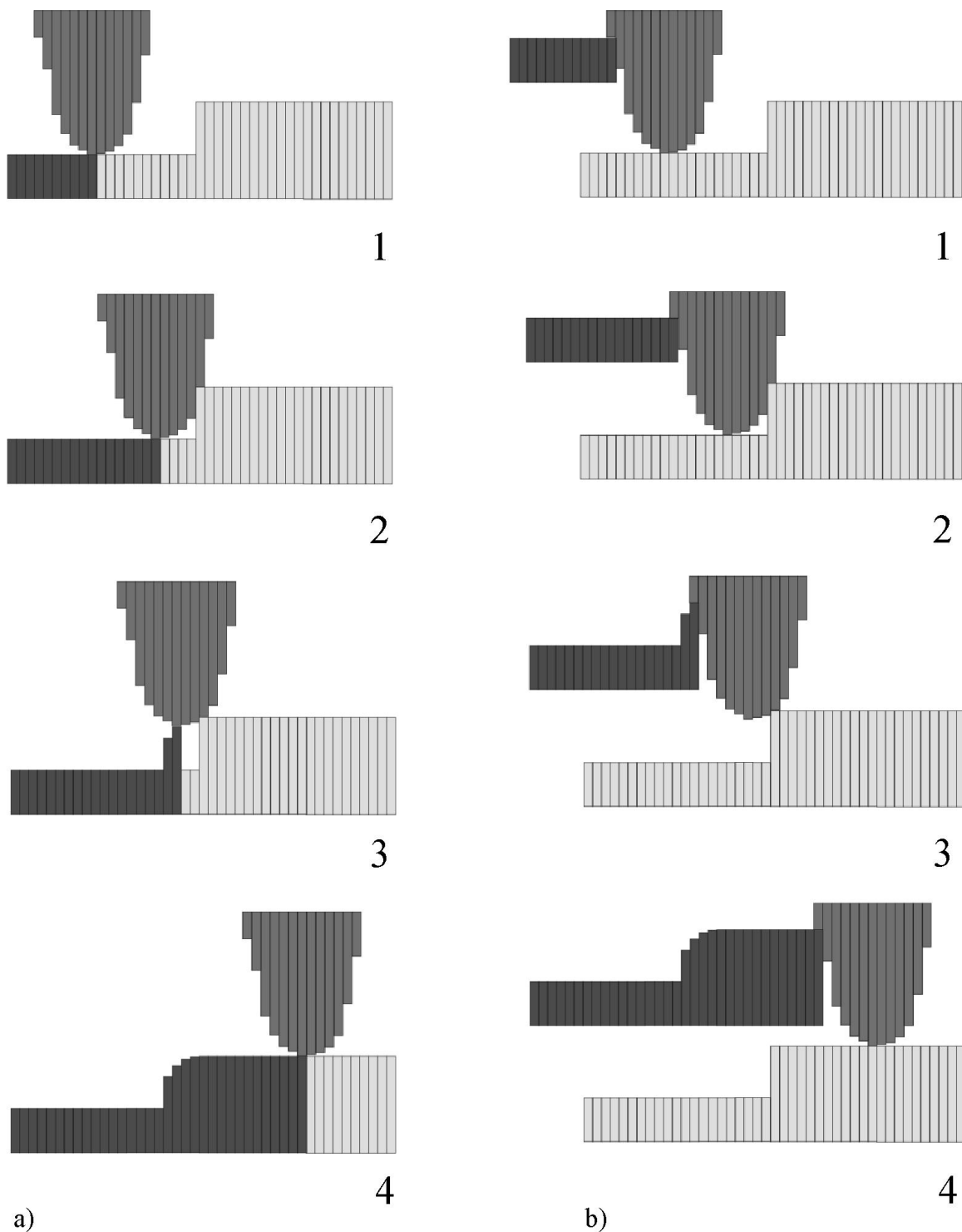


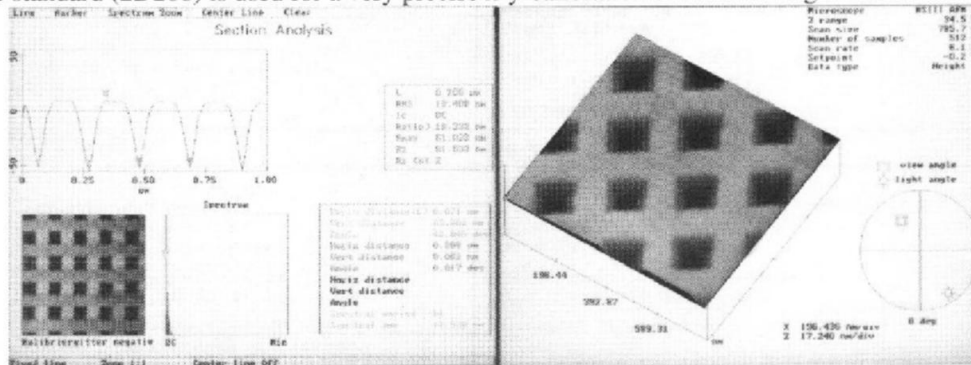
Abb. 2.10:

a) Schematisch: Vier willkürliche Phasen eines RKM-Abbildungsprozesses. Als Referenzpunkt wurde das unterste Ende der Spitze gewählt (hell: originale Oberfläche, mittel: Spitze, dunkel: RKM-Bild). **b)** Wählt man einen beliebigen anderen Referenzpunkt, so wird das Ergebnis lediglich verschoben, aber nicht die Form verändert. Details: siehe Text.

x-y-Calibration Standard

Description and Ordering Information

The standard (2D200) is used for a very precise x-y-calibration of the scanning mechanism and for



a quick quality control of the tip. The standard consists of a 2-dimensional lattice of inverted square pyramids with 200 nm pitch etched into a silicon chip with the following specifications:

- Pitch: 200 nm
- Accuracy of pyramid position: ± 5 nm
- Accuracy of pitch ($5 \times 5 \mu\text{m}^2$ scan): $\pm 0.1 \%$
- Accuracy of pitch (large scans): $\pm \frac{30 \text{ nm}}{\text{scan length}}$
- Edge length of square pyramids: 100 nm
- Absolute accuracy of edge length: ± 20 nm
- Relative accuracy of edge length: ± 5 nm
- Sidewall angle (versus wafer surface): 35.3°
- Accuracy of sidewall angle: $\pm 0.5^\circ$
- Depth of pyramids: 70 nm
- Chip size: 7×7 mm
- Active area: $500 \times 500 \mu\text{m}^2$
- Number of pyramids: 6.25×10^6

When imaging a pyramid with the AFM tip the apparent depth of the pyramid compared to the normal depth of the pyramid can provide a rough calculation of the tip radius. Apparent smaller sidewall angles than the maximal angle are due to cone angles of the tip which are larger than the pyramid cone angle (70°).

Available Shipping Units

The silicon chip is usually glued onto a steel sample holder with 12 mm diameter.

Order Code	Quantity
2D200	1

Abb. 2.11:

Datenblatt des in dieser Arbeit häufiger verwendeten Kalibrationsstandards 2D200 von NANOSENSORS.

Im folgenden soll davon ausgegangen werden, daß sowohl die Spitze als auch die Probenoberfläche ideal hart sind. Ferner soll die Auflagekraft vernachlässigbar gering sein,

d.h. von lateralen Kräften und Verformungen läßt sich absehen. Man kann sich den RKM-Abbildungsvorgang dann so vorstellen, daß die Meßspitze so an jede Oberflächenstelle, an der ein Bildpunkt aufgenommen werden soll, gesetzt wird, daß es gerade zu einem punktuellen Kontakt zwischen Probe und Sensor kommt (Abb. 2.10 a). Die z-Position eines willkürlichen, aber dennoch fixen Sensorpunktes ergibt dann gerade den relativen Höhenwert an der betrachteten Position. Günstigerweise wählt man als Fixpunkt das äußerste Ende der Meßspitze, um unwesentliche, konstante Offsets zu vermeiden (vergleiche Abb. 2.10 b). Eine solche Vorgehensweise kann sowohl den Tapping-Modus, als auch den normalen Kontaktmodus simulieren, da wir von lateralen Kräften und Verformungen absehen wollten. Diese Art der Betrachtung läßt sich leicht in ein Computerprogramm umsetzen und wurde als Teil des Programms "RKMGeometrie" (auf der Zusatz-CD, siehe Anhang) verwirklicht. Als Modell für den Sensor und die reale Oberfläche werden dem Programm digitale Bilder übergeben und man erhält als Ergebnis ein simuliertes RKM-Bild, allerdings mit den oben gemachten Idealisierungen.

Anhand einiger einfacher Beispiele soll jetzt der Einfluß der Sensorspitze auf das Ergebnis verdeutlicht werden. Betrachten wir zunächst eine inverse Pyramide der Tiefe 70 nm und mit einer quadratischen Basis mit Kantenlänge 100 nm, wie sie z.B. lithographisch im Kalibrationsstandard 2D200 von Nanosensors in regelmäßiger Anordnung verwirklicht ist (genaue Spezifikationen kann man dem Datenblatt in Abb. 2.11 entnehmen).

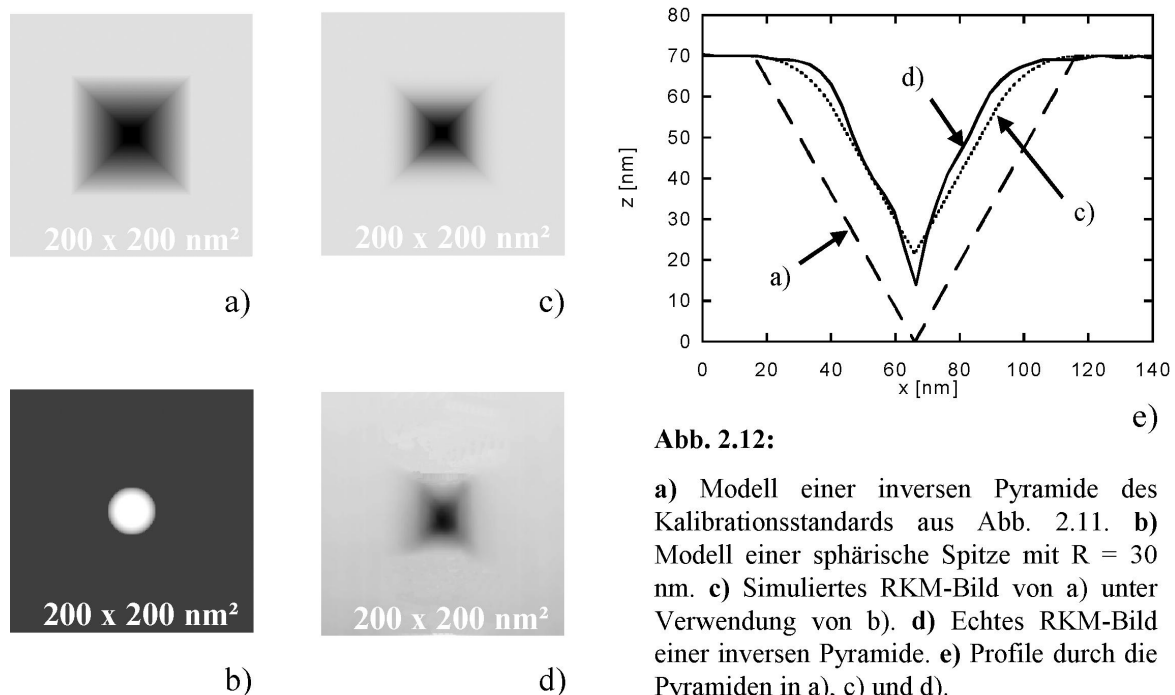


Abb. 2.12:

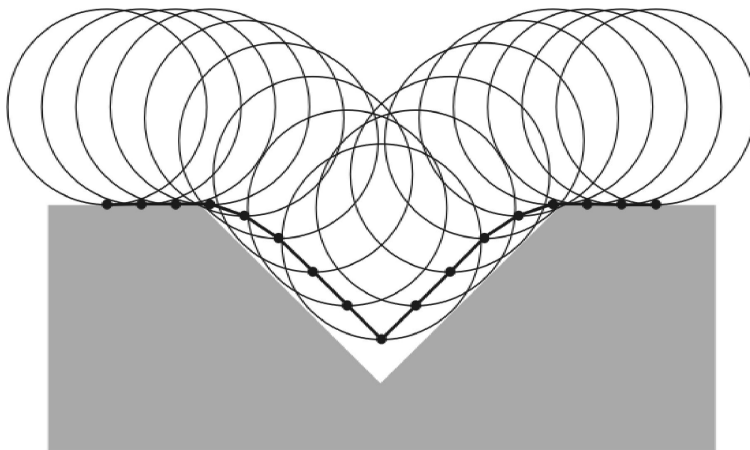
a) Modell einer inversen Pyramide des Kalibrationsstandards aus Abb. 2.11. b) Modell einer sphärische Spitze mit $R = 30$ nm. c) Simuliertes RKM-Bild von a) unter Verwendung von b). d) Echtes RKM-Bild einer inversen Pyramide. e) Profile durch die Pyramiden in a), c) und d).

Wird diese Pyramide mittels einer sphärischen Spitze mit Krümmungsradius $R = 30$ nm simuliert abgebildet, d.h. übergibt man dem RKM-Simulationsteil von "RKMGeometrie" künstlich erstellte Modellbilder dieser Spitze und des Kalibrationsstandards (Abb. 2.12 a und b), so erhält man das in Abb. 2.12 c gezeigte Ergebnis. Im (simulierten) RKM-Bild scheint die pyramidale Öffnung etwas flacher und kleiner geworden zu sein. Vergleicht man jedoch die vertikalen Profile (Abb. 2.12 e) durch das jeweilige Minimum der ursprünglichen Pyramide und ihrer simulierten Abbildung, so kann man erkennen, daß sich die Breite der Pyramide durch die Abbildung nicht geändert hat. Vielmehr wurde der vormals scharfe Übergang von horizontaler Ebene zu abgeschrägter Pyramidenwand geglättet. Dies ist typisch für alle realen scharfen Kanten und Übergänge. Zum Vergleich zeigt Abb. 2.12 d eine echte RKM-Aufnahme einer solchen Pyramide im selben Maßstab.

Problematischer ist der Sachverhalt, daß die Tiefe der Pyramide wesentlich verkleinert wurde, was dem Profil des RKM-Bildes allein keineswegs anzusehen ist. Die scharfe "inverse Spitze" sieht nämlich im Abbild immer noch sehr scharf aus, was dazu verleiten könnte anzunehmen, daß der Sensor vernachlässigbar scharf war, die Struktur also fehlerfrei abgebildet worden ist. Daß dies aber keineswegs richtig ist, kann man sich leicht klar machen (siehe Abb. 2.13). Die idealisierte sphärische Spitze ist, bevor sie tiefer in die Pyramide eingedrungen ist, im wesentlichen entlang der Pyramidenwand mit derselben Steigung wie diese in die Tiefe gerutscht. Sobald sie dann tief genug eingedrungen war, berührte sie die gegenüberliegende Wand und fing unmittelbar an, mit der Steigung der anderen Wand wieder "bergauf" zu laufen. Dabei gibt es keinen "weichen" Übergang, die Steigung der Spitzenbahn ändert sich schlagartig, wodurch eine scheinbar scharfe "Spitze" abgebildet wurde. Hier deutet sich eine erste, sehr einfache Möglichkeit an, wie sich aus RKM-Bildern dieses Kalibrationsstandards leicht Informationen über die Güte des verwendeten Sensors gewinnen lassen. Abb. 2.14 stellt dar, daß die Eindringtiefe der Spitze bei Annahme einer sphärischer Spitze von deren Krümmungsradius abhängt gemäß

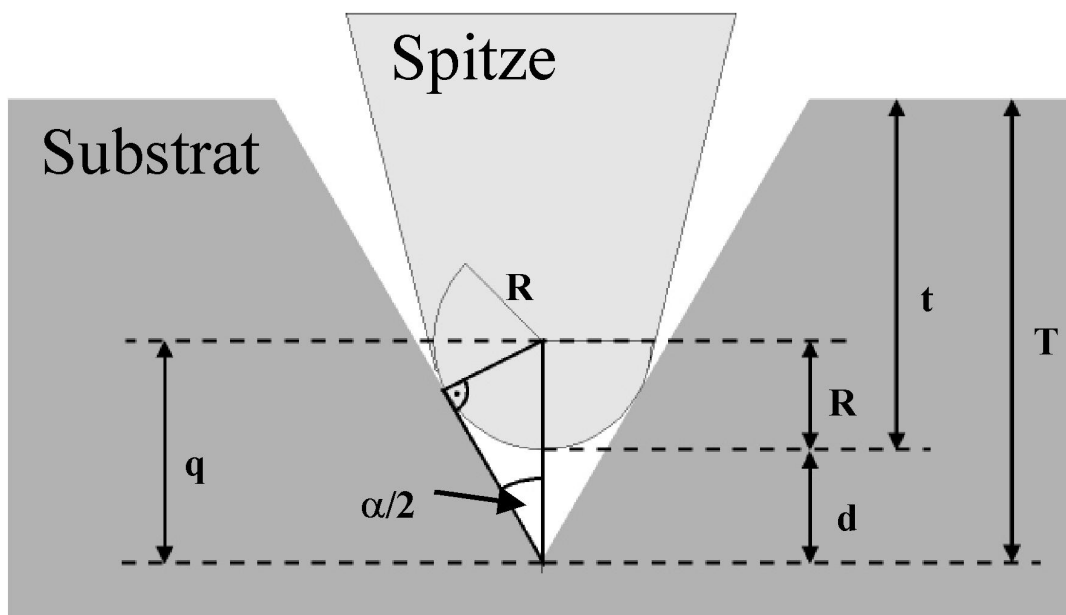
$$R = \frac{T - t}{\sqrt{1 + \left(\frac{T}{B}\right)^2} - 1},$$

wobei: $T = 70$ nm (Tiefe der Pyramide),
 t - gemessene maximale Tiefe,
 $B = 50$ nm (halbe Pyramidenlänge).

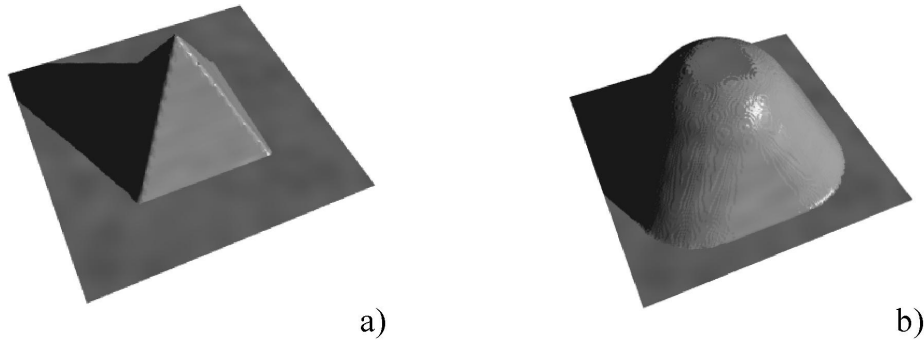
**Abb. 2.13:**

Schematische Abbildung einer inversen Pyramide mittels sphärischer Spitze. Auch im Bild erscheint die Spitze der Pyramide als scharfe "Ecke". Die Tiefe ist jedoch verfälscht. Siehe auch Text.

Ferner ist interessant, daß die Steigungen der Seitenflächen der Pyramide über weite Strecken korrekt wiedergegeben werden. Etwas dramatischer wird es jetzt, wenn man Abb. 2.15 betrachtet. In diesem Beispiel wurde das Bild einer (nicht inversen) Pyramide (a) simuliert mit einer sphärischen 20 nm-Spitze abgebildet. Hier hat das Ergebnis (b) kaum noch die Form einer Pyramide. Die Breite dieser Pyramide wurde in der RKM-Simulation stark vergrößert und alle Kanten wurden sozusagen geglättet, andererseits wird aber die maximale Höhe der Pyramide richtig wiedergegeben.

**Abb. 2.14:**

Die gemessene Tiefe t einer inversen Pyramide erlaubt es Aussagen über die Güte der Sensorspitze zu machen, falls die genauen Maße der Pyramide (T und B) bekannt sind. Für das R der Spitze ergibt sich eine einfache Gleichung (siehe Text).

**Abb. 2.15:**

a) Künstlich erstellte Pseudo3D-Darstellung einer Pyramide der Höhe $h = 20 \text{ nm}$ (Basis: $25 \text{ nm} \times 25 \text{ nm}$). b) Eine simulierte RKM-Abbildung von a) mit einer sphärischen Spitze ($R = 20 \text{ nm}$).

Allgemein kann man sich die hier wesentlichen Effekte an einer idealisierten Stufe veranschaulichen, wie sie bereits in Abb. 2.10 zu sehen ist. Es ist unmittelbar ersichtlich, daß sich an einer solchen Stufe ein Teil der Spitze selbst abbildet. In Wahrheit ist ein RKM-Bild formal immer auch ein Abbild der Spitze selbst. Vertauscht man nämlich gedanklich die Rolle von Spitze und abzubildender Oberfläche, so ändert sich nichts. Nur bildet man jetzt sozusagen eine recht scharfe Struktur (ursprüngliche Spitze) mit einer relativ schlechten Spitze (zuvor Oberfläche) ab. Davon werden wir später in 2.2.3. noch Gebrauch machen. An den mehrfachen Stufen in Abb. 2.16 kann man sich schematisch noch einmal mit den zu erwartenden Problemen vertraut machen. Bei sehr starken Steigungsänderungen in der realen Topographie (hier Stufen) wird es immer zu mehr oder weniger starken Verzerrungen kommen (zu hohe lokale Höhenwerte). Diese werden stets auf der Seite mit der geringeren absoluten Höhe auftreten. Dadurch sind die bereits genannten Phänomene, daß bei inversen Strukturen die Tiefe und bei Erhöhungen die Breite verfälscht werden kann, vollkommen verständlich. Denn bei Erhöhungen liegen die niedrigeren Gebiete außerhalb der betrachteten Struktur, es kommt zu einer Verbreiterung. Bei inversen Strukturen liegen die problematischen Gebiete vollständig innerhalb der Struktur selbst. Die Breite kann also nicht verfälscht werden, denn sobald die Spitze z.B. ein Loch erreicht, wird sie anfangen, sich abzusenken und umgekehrt. Allerdings kann der Übergang zwischen außerhalb und innerhalb dermaßen abgeflacht sein, daß es unter Umständen schwer wird, eine klare Grenze zu erkennen. Diese Abflachung sorgt übrigens auch für die scheinbare Verkleinerung, welche man häufig beobachtet (wie z.B. in Abb. 2.12). Daß dies keineswegs nur rein theoretisch gültig ist, soll an einem Meßbeispiel verdeutlicht werden.

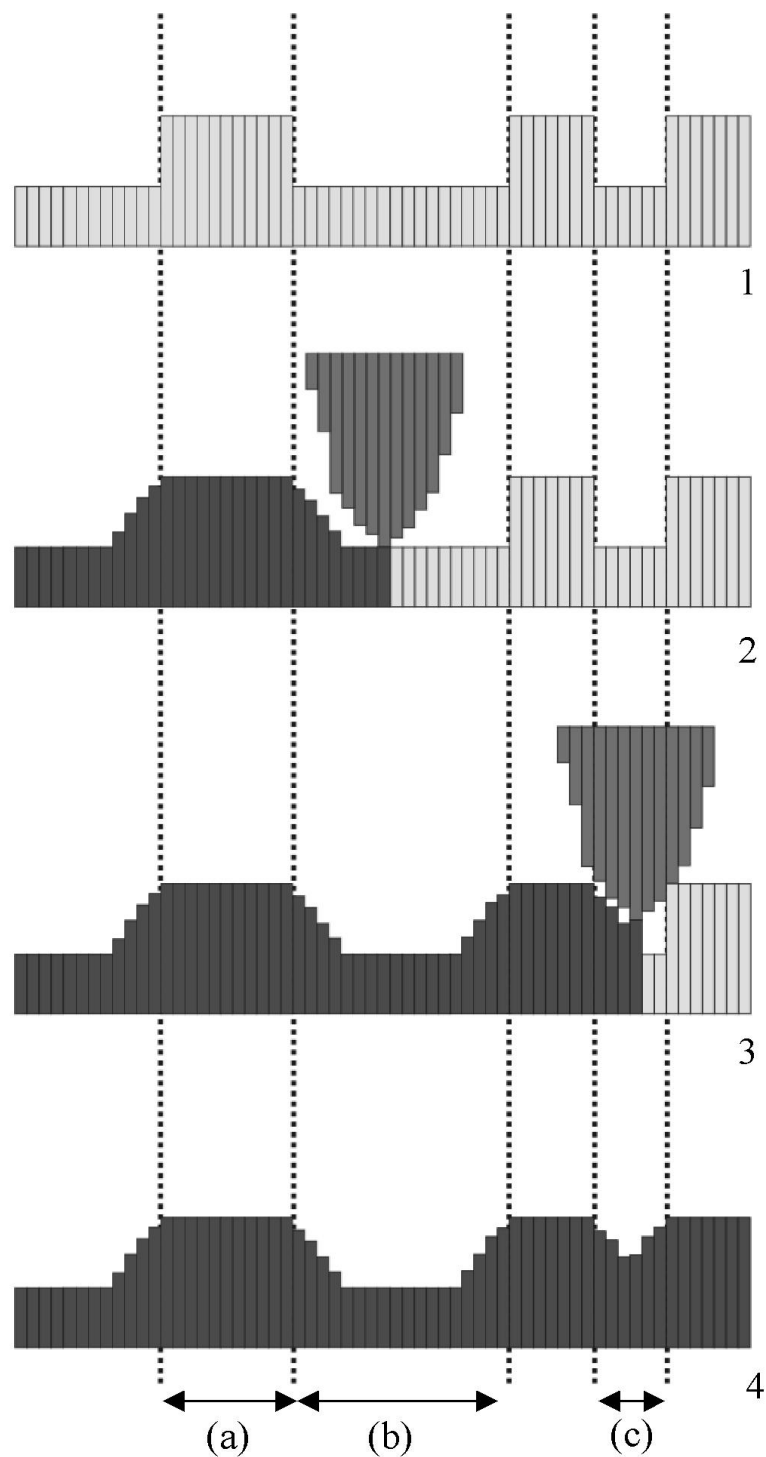


Abb. 2.16:

Schematisch: Vier willkürlich ausgewählte Phasen einer RKM-Abbildung. Topographische Erhebungen (a) werden verbreitert dargestellt, während die Tiefen von "Löchern" evtl. verringert werden können ((b) und (c)).

Im Zuge einer Zusammenarbeit mit D. Baur, Bereich Materialforschung der GSI, sollte das Verhalten bestrahlter und anschließend geätzter Hostafan-Folie unter Flüssigkeit beobachtet werden [BA01]. Üblicherweise beobachtet man die sogenannten Kernspurfilter im getrockneten Zustand nach dem Aufdampfen einer sehr dünnen Goldschicht in einem

Rasterelektronenmikroskop (REM). Da alle anderen Messungen an den aufgeätzten Poren allerdings unter Flüssigkeit stattfinden, erscheint es sinnvoll, die Bestimmung der Porendurchmesser auch unter diesen Bedingungen durchzuführen, was natürlich im REM nicht möglich ist. Um Konsistenz zwischen den früheren REM-Messungen und den RKM-Messungen zu gewährleisten, wurden die Durchmesser von Poren nach unterschiedlich langer Ätzdauer für eine repräsentative Ätzung mit 0,5 M NaOH-Lösung (Bestrahlung fand mit 11,1 MeV/u Au-Ionen statt) sowohl rasterelektronen- als auch rasterkraftmikroskopisch an Luft bestimmt. Das Meßergebnis und repräsentative topographische Bilder sieht man in Abb. 2.17.

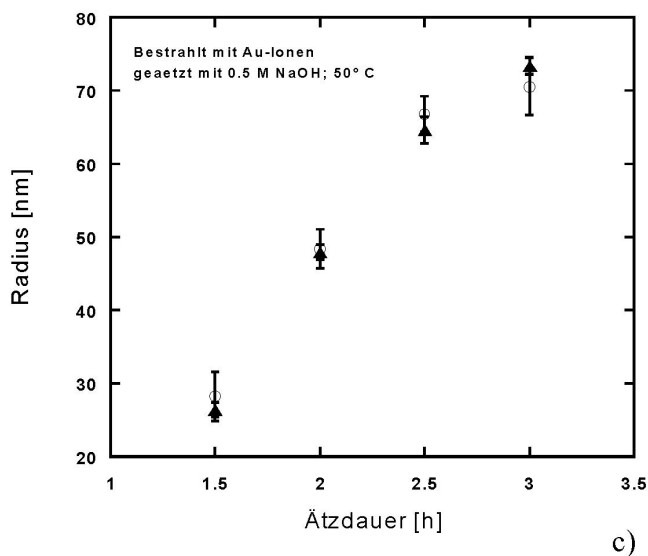
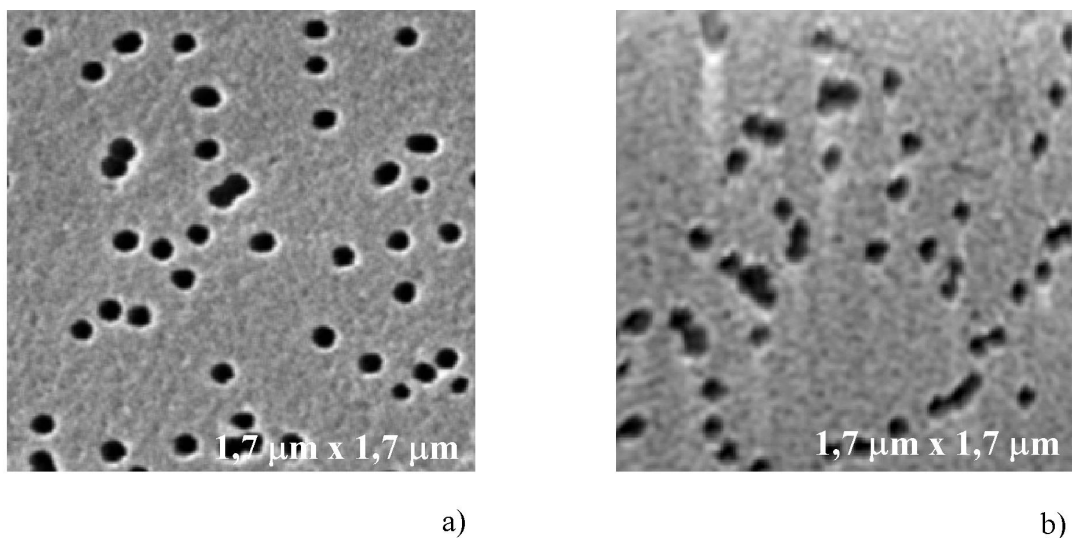
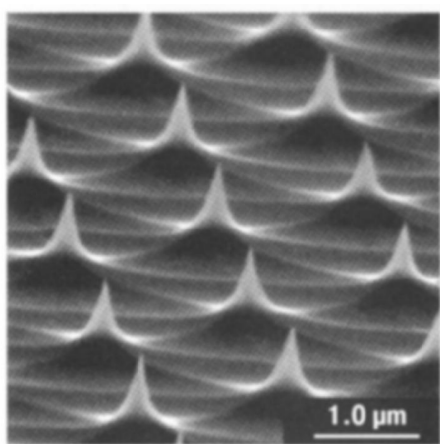


Abb. 2.17:

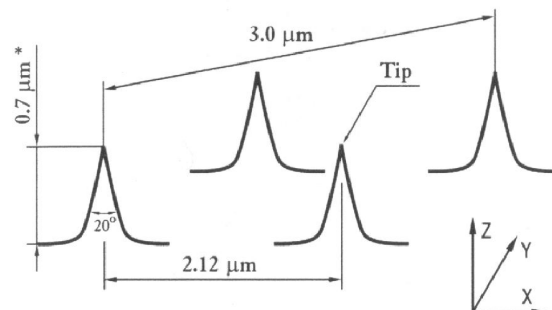
a) REM-Aufnahme von geätzten (2 h mit 0,5 M NaOH) Poren in Hostafan nach Bestrahlung mit Au-Ionen. Für die Bildaufnahme wurde eine dünne Schicht Gold aufgetragen. b) Ein gleichartiges Bild wie in a), jedoch mittels RKM aufgenommen. c) Die gemessenen Radien bei verschiedenen Ätzzeiten unterscheiden sich bei beiden Methoden innerhalb des Fehlers nicht (REM: gefüllte Dreiecke, RKM: offene Kreise).

Innerhalb statistischer Fehler stimmen die Ergebnisse beider Methoden überein, selbst für die kleinsten Poren, bei denen der Durchmesser von derselben Größenordnung wie der

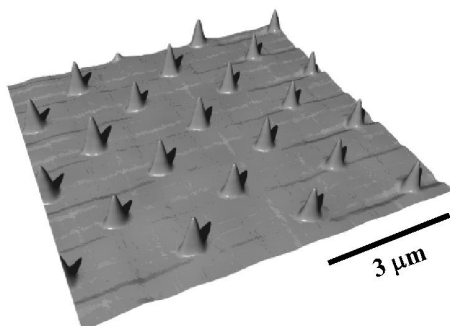
Krümmungsdurchmesser der Spitze ist (wie man sich in 3.2.2 überzeugen kann, ist die Annahme eines Krümmungsradius der Spitze von $R = 20$ nm durchaus sinnvoll, was bei sphärischen Spitzen einem Durchmesser von 40 nm entspräche). Man kann also mit Recht davon ausgehen, daß es in der Regel sehr gut gelingen sollte, Durchmesser (bzw. Radien) von Löchern zu bestimmen. In diesem Beispiel ist der Fehler der Tiefenbestimmung der Poren übrigens erheblich. Bei den geätzten Filtern handelt es sich nämlich um 12 μm dicke Folien, und die Poren waren vollständig durchgeätzt. Anstatt dieser 12 μm mißt man aber in den Bildern nur einige 10 nm. Das mag im vorliegenden Fall nicht sehr verwunderlich erscheinen, man hat es aber exakt mit demselben Effekt wie zuvor bei den inversen Pyramiden zu tun. Die Verbreiterung realer Strukturen soll ebenfalls an einem sehr einfachen Modellsystem veranschaulicht werden. Dazu betrachten wir die rasterkraftmikroskopische Abbildung eines Kalibrationsstandards von ULTRASHARP (Typ: TGT01), wie er durch Abb. 2.18 a beschrieben wird. Wie erwartet erscheinen im RKM-Bild (Abb. 2.18 b) die lateralen Ausdehnungen der scharfen Spitzen des Standards verfälscht (laut Hersteller haben die Spitzen an ihrem äußersten Ende einen Krümmungsradius von weniger als 10 nm), während die Höhen korrekt reproduziert werden.



a)



Active area	2 x 2 mm
Tip curvature radii	less than 10 nm
Pitch	2.12 μm
Diagonal pitch	3.0 μm
Chip dimensions	5 x 5 x 0.45 mm



b)

Abb. 2.18:

Kalibrationsstandard TGT01 von ULTRASHARP. **a)** Auszug aus dem Datenblatt (inklusive REM-Aufnahme). **b)** RKM-Bild (Pseudo3D-Darstellung), aufgenommen im Semi-Kontakt. Am oberen Ende der Spitzen mißt man einen Krümmungsradius $R \approx 50$ nm.

2.2.2. Korrektur von RKM-Bildern

In 2.2.1. hatten wir gesehen, wie in RKM-Bildern durch den endlichen Krümmungsradius der Spitze Informationen verfälscht werden können. Häufig werden solche Effekte in manchen Veröffentlichungen mit dem mathematisch nicht korrekten Begriff der Faltung (engl.: convolution) bezeichnet. Diskrete Faltungsoperationen, wie sie z.B. in der Bildverarbeitung zum Filtern eingesetzt werden, haben mathematisch die folgende Form:

$$G'_{m,n} = \sum_{m'=-r}^r \sum_{n'=-r}^r H_{m',n'} \cdot G_{m-m',n-n'} = \sum_{m'=-r}^r \sum_{n'=-r}^r H_{-m',-n'} \cdot G_{m+m',n+n'}$$

bzw. kurz $G' = H \cdot G$.

Dabei ergibt sich also jeder Bildpunkt $G'_{m,n}$ des neuen Bildes G' , indem man jeden Bildpunkt $G_{m-m',n-n'}$ des ursprünglichen Bildes G , welcher im Bereich der Filtermaske H liegt, mit dem entsprechenden Wichtungsfaktor dieser Filtermaske multipliziert, die Produkte addiert und die Summe an die Position des zentralen Pixels (m,n) schreibt (siehe Beispiel in Abb. 2.19).

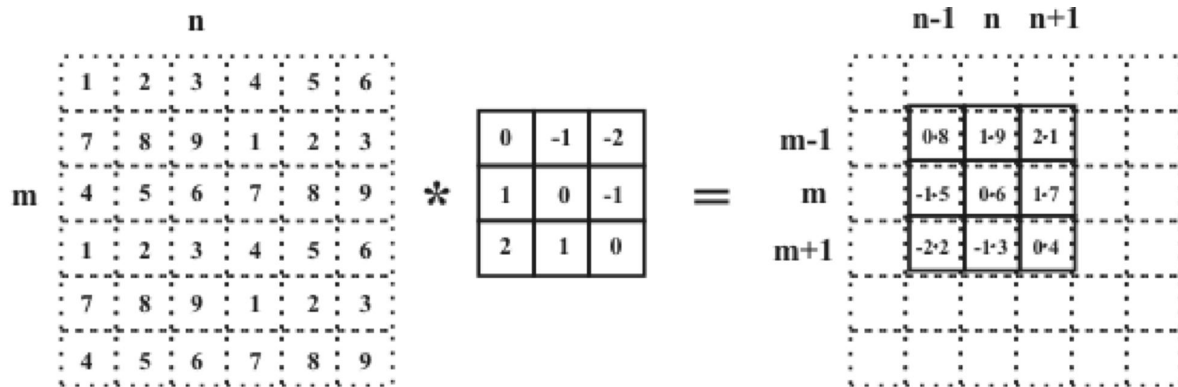
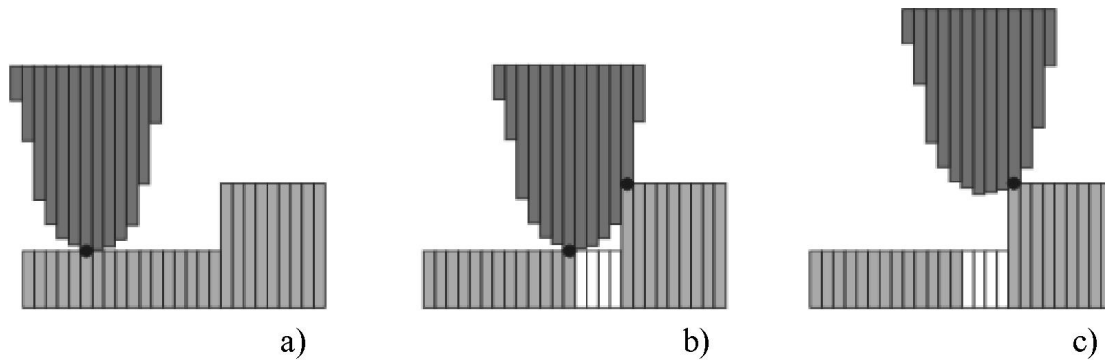


Abb. 2.19:

Illustration der diskreten Faltungsoperation mit einer 3x3-Filtermaske. Im angedeuteten Faltungsschritt müßte man an die Stelle (m,n) im gefalteten Bild $(0 \cdot 8) + (1 \cdot 9) + (2 \cdot 1) + (-1 \cdot 5) + (0 \cdot 6) + (1 \cdot 7) + (-2 \cdot 2) + (-1 \cdot 3) + (0 \cdot 4) = 6$ schreiben. Zur Faltung: siehe Text.

Es sei angemerkt, daß diese Gleichung eine Maske ungerader Größe mit $(2 \cdot r + 1) \times (2 \cdot r + 1)$ Koeffizienten voraussetzt. Ohne auf Details einzugehen (siehe dazu z.B. [J97]), ist es dabei von großer Bedeutung, daß es sich bei Faltungen um lineare verschiebungsinvariante Operatoren handelt.

**Abb. 2.20:**

Schematisch: Eine Spitze (dunkelgrau) rastert von links nach rechts über eine Oberfläche (hellgrau).
a) Die Spitze berührt die Probe nur in einem einzelnen Punkt (schwarzer Punkt am untersten Ende der Spitze).
b) An der Stufe kommt es zu einem doppelten Kontakt zwischen Spitze und Probe.
c) Unmittelbar nach dem Doppelkontakt berührt die Spitze die Probe an einer anderen Stelle. Der weiß gekennzeichnete Bereich der Probe wurde niemals von der Spitze berührt, folglich sind über diesen Bereich weniger Informationen verfügbar (nämlich nur, daß die Probe hier lediglich tiefer als die Kontur der Spitze war).

Deswegen ist es auch immer möglich, eine Faltung prinzipiell (bis auf praktikable Einschränkungen) rückgängig zu machen, indem eine erneute Faltung mit dem zu H inversen Element H' durchgeführt wird. Daß eine so einfache Korrektur der Bildverfälschung in der RKM nicht möglich ist, kann man sich am besten an einem sehr vereinfachten Beispiel klar machen. Dazu betrachten wir in Abb. 2.20 erneut das Abrastern einer idealen Stufe. Hat sich der Meßsensor der Stufe so sehr angenähert, daß zum ersten Mal ein Kontakt mit der eigentlichen Stufe entsteht, dann wird es für einen sehr kurzen Moment zu einem doppelten Kontakt zwischen Spitze und Oberfläche kommen. Unmittelbar nach Auftreten eines Kontakts wird sich schlagartig die Position des Kontaktpunktes innerhalb der Spitze verändern. Ein kleiner Bereich auf der abzubildenden Oberfläche gerät dabei niemals in Kontakt mit der Spitze. Über diesen Bereich besitzt man dann weniger Informationen als über andere Stellen. Das Bild enthält nämlich an solchen Positionen keine wirklichen Höheninformationen mehr, vielmehr ist dort der Bildwert nur noch ein oberer Grenzwert für die lokale Höhe. Das führt aber dazu, daß verschiedene Oberflächen in der RKM zu demselben Ergebnis führen können (Abb. 2.21). Deswegen ist natürlich auch eine eindeutige Rekonstruktion der wahren Oberfläche an solchen Stellen nicht mehr möglich. Benützt man dieselbe Notation wie in der Faltungsformel oben, so schreibt sich die Abbildung mittels RKM wie folgt:

$$G'_{m,n} = \max(G_{m-m',n-n'} + H_{m',n'}, -r < m', n' < r) - q,$$

wobei q der z -Wert des Spitzenreferenzpunktes ist.

Es ist offensichtlich, daß es sich hierbei nicht um eine lineare Operation oder gar eine Faltung handelt.

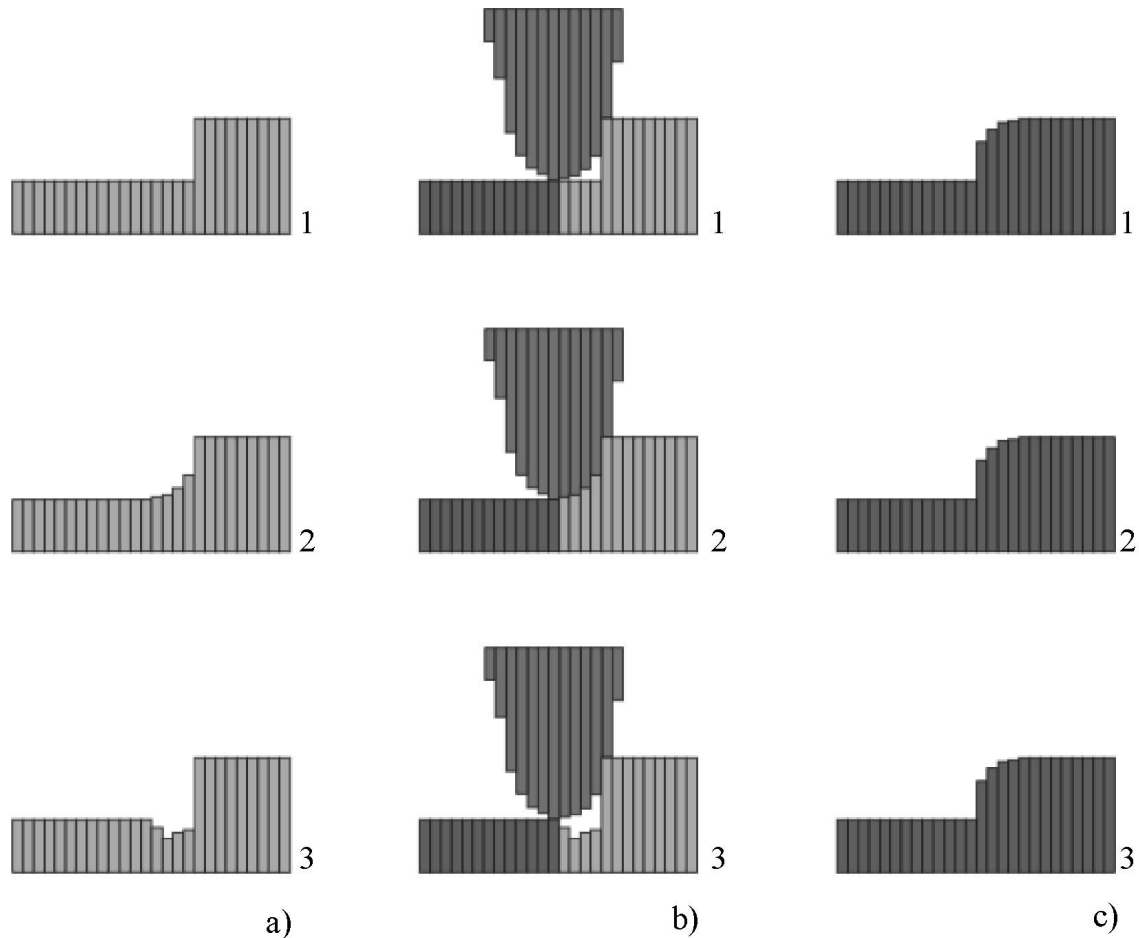


Abb. 2.21:

Unterschiedliche Oberflächen (a) werden in diesem Beispiel von derselben Spitze in der gleichen Weise abgebildet. Die Unterschiede werden vom Sensor nicht "wahrgenommen", da sie innerhalb der Doppelkontakte (siehe b)) mit der Spitze nicht wahrgenommen werden. Die Ergebnisse sind deshalb tatsächlich vollkommen identisch (c).

Dennoch besteht die Möglichkeit, in RKM-Bildern wesentliche Korrekturen (einschließlich der vollkommenen Rekonstruktion der wahren Topographie in einzelnen Fällen) durchzuführen. Betrachten wir dazu Abb. 2.22. Ein topographisches RKM-Bild enthält nichts anderes als die Bahn der Sensorsspitze während des Abbildungsprozesses. Folglich befand sich die Spitze irgendwann mit ihrem untersten Punkt an jeder Position des Oberflächenbildes, wie in Abb. 2.22 a angedeutet. Man erkennt, daß es an einzelnen Stellen zu einem Überlappen zwischen Teilen der Spitze und der scheinbaren Oberfläche kommt. Es ist unmittelbar klar, daß diese Überlappungsbereiche keiner realen Struktur entsprechen können. Wäre nämlich tatsächlich an dieser Stelle die Oberfläche so geformt, wie man sie im Bild sieht, so wäre die Spitze in solch einer Position teilweise in die Oberfläche eingedrungen.

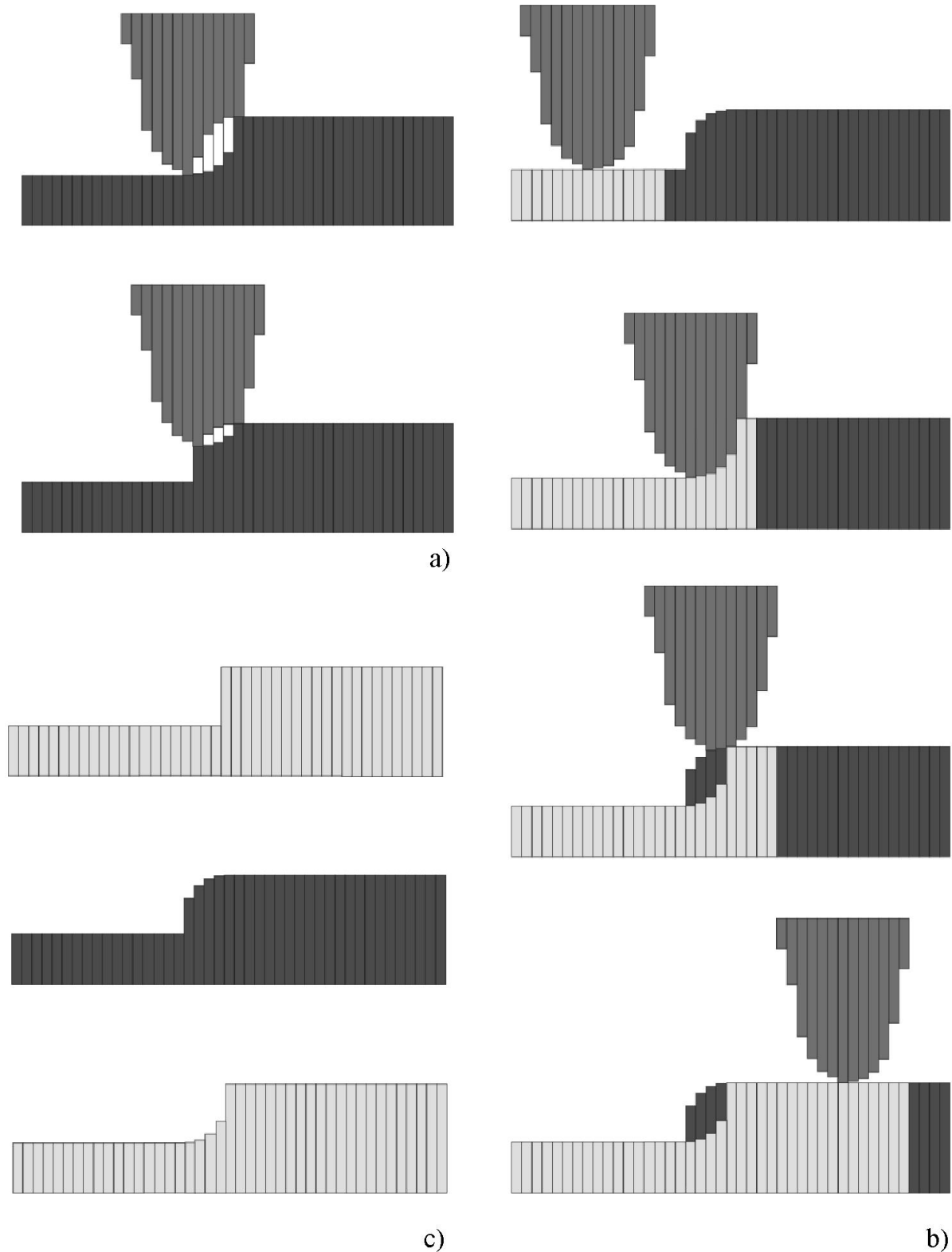


Abb. 2.22:

Korrektur von RKM-Bildern. **a)** Eine Spitze fährt die mit ihr aufgenommene Kontur (Topographie-Bild) nach, d.h. sie läuft exakt entlang derselben Bahn wie während der Bildaufnahme (vgl. Abb. 2.10). Dabei kommt es zwischen Spitze und scheinbarer Oberfläche zu Überlappungen (weiße Bereiche). **b)** Durch Entfernen von Überlappungsbereichen, welche keiner wahren Topographie entsprechen können (sonst müßte die Spitze in das Material eingedrungen sein), kann das RKM-Bild realistischer werden. **c)** Die ursprüngliche Oberfläche (oben) wird durch die RKM-Abbildung verfremdet dargestellt (Mitte). Durch das Entfernen der Überlappungen wie in b) wird die Wiedergabe realistischer (unten), d.h. die wahre Oberfläche wird besser repräsentiert.

Da man dies allgemein ausschließen kann, besteht gerade darin die Möglichkeit, das Oberflächenbild (zumindest teilweise) zu korrigieren.

Dazu ist nur erforderlich, ein Modell der Spitze an jede Position zu setzen und im Bild dann alle Überlappungszonen als physikalisch unmögliche Bereiche zu entfernen, wie in Abb. 2.22 b gezeigt. Eine solche Prozedur führt dann zu einer wesentlich verbesserten Abbildung der wahren Oberfläche (vgl. Abb. 2.22 c), wenn auch im allgemeinen immer noch Verzerrungen im Bild verbleiben.

2.2.3. Rekonstruktion der Spitze

Bisher hatten wir stillschweigend vorausgesetzt, die genaue geometrische Gestalt der Spitze zu kennen. Denn nur dann ist es möglich, die in 2.2.2. beschriebenen Operationen durchzuführen. In diesem Abschnitt wird gezeigt, wie man sich diese (benötigten) Informationen beschaffen kann. In der Literatur findet sich dazu relativ wenig und zumeist ist es zumindest notwendig, einige geometrische Annahmen (z.B. sphärische oder parabolische Form) zu machen (z.B. [K91], [DV97]). Dabei ist es durchaus möglich, die Gestalt einer Sensorspitze zu bestimmen, ohne Annahmen machen zu müssen.

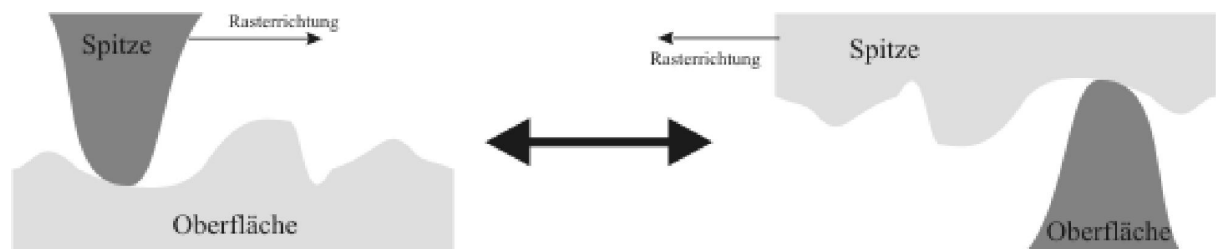


Abb. 2.23:

Formal macht es keinen Unterschied, ob man mit der Sensorspitze die Oberfläche abrastert oder umgekehrt. Man kann deshalb das sich ergebende Bild auch als Abbildung der Spitze verstehen. Die Abbildung einer gut bekannten Oberfläche erlaubt es deshalb, die Kontur der Spitze zu rekonstruieren (vgl. Text, siehe auch Abb. 2.24).

Wie bereits in 2.2.1. erwähnt, ist das Abbild einer beliebigen Oberfläche formal immer auch ein Abbild der Spitze, wenn man gedanklich die Rolle von abzubildender Oberfläche und Sensorspitze vertauscht (Abb. 2.23). Das Ergebnis, also das sich ergebende RKM-Bild, ist dasselbe. Gerade darin besteht aber die Möglichkeit, die Form der Spitze zu bestimmen. Man muß einfach eine möglichst gut bekannte Struktur, z.B. einen Kalibrationsstandard, mit der zu

untersuchenden Spitze abbilden und dann die in 2.2.2 beschriebene Bildrekonstruktion verwenden.

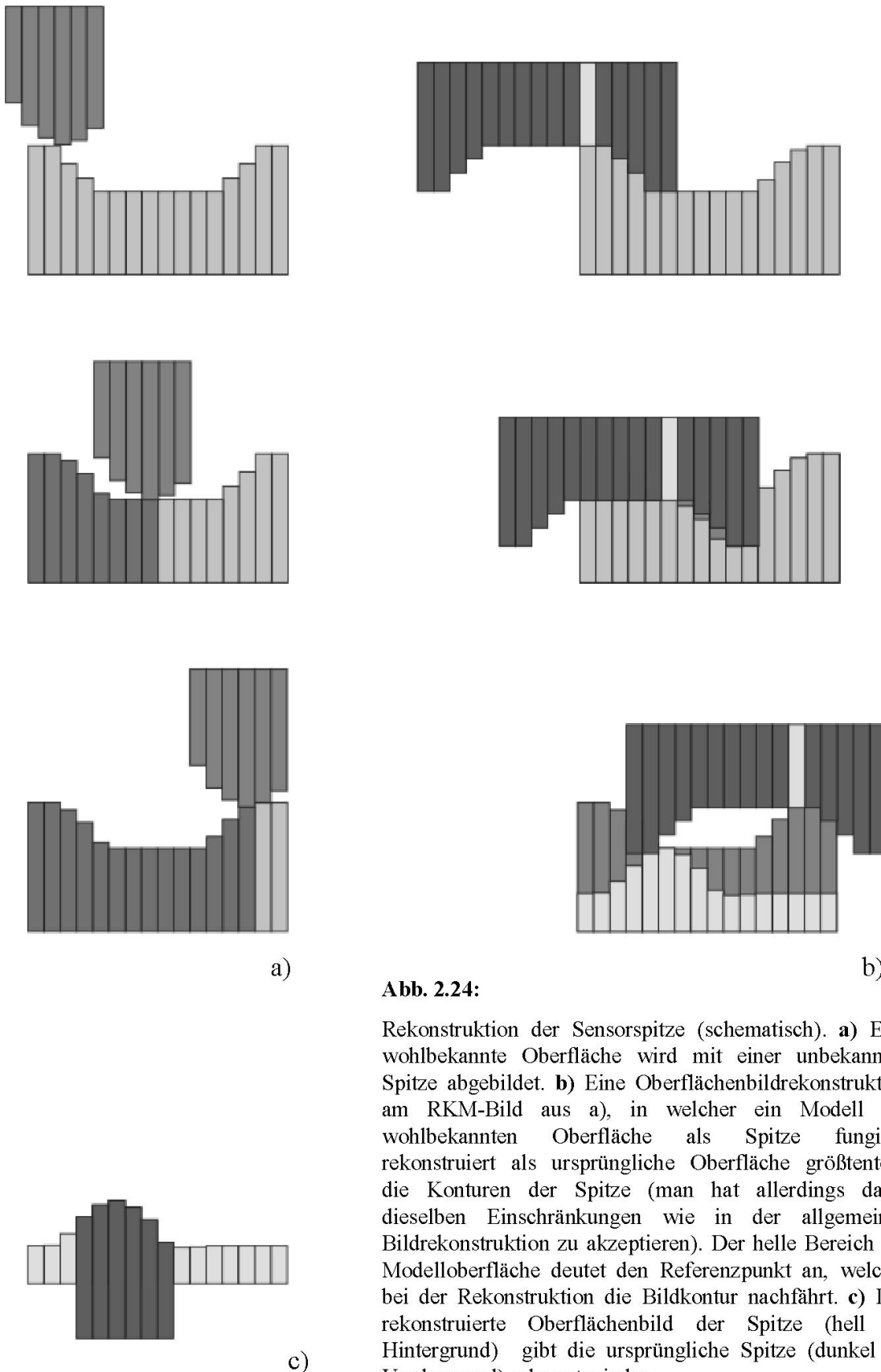


Abb. 2.24:

Rekonstruktion der Sensorspitze (schematisch). **a)** Eine wohlbekannte Oberfläche wird mit einer unbekanntem Spitze abgebildet. **b)** Eine Oberflächenbildrekonstruktion am RKM-Bild aus a), in welcher ein Modell der wohlbekannten Oberfläche als Spitze fungiert, rekonstruiert als ursprüngliche Oberfläche größtenteils die Konturen der Spitze (man hat allerdings dabei dieselben Einschränkungen wie in der allgemeinen Bildrekonstruktion zu akzeptieren). Der helle Bereich der Modelloberfläche deutet den Referenzpunkt an, welcher bei der Rekonstruktion die Bildkontur nachfährt. **c)** Das rekonstruierte Oberflächenbild der Spitze (hell im Hintergrund) gibt die ursprüngliche Spitze (dunkel im Vordergrund) sehr gut wieder.

Dabei betrachtet man allerdings das RKM-Bild nicht als Abbildung des Kalibrationsstandards, sondern der RKM-Spitze. Zusätzlich benützt man ein künstlich erstelltes Modellbild des bekannten Kalibrationsstandards als Modell für die Sensorspitze. Das sich ergebende rekonstruierte Bild zeigt dann gerade die ursprünglich verwendete Spitze (siehe dazu auch Abb. 2.24). Dabei gelten allerdings die gleichen Einschränkungen, wie auch bei der allgemeinen Bildrekonstruktion in 2.2.2. D.h., auch hierbei werden natürlich gewisse Gebiete sozusagen nur "verbessert" und nicht eindeutig rekonstruiert.

Wie wir jedoch im nächsten Abschnitt sehen werden, ist es möglich, alle problematischen Gebiete zu identifizieren. Bei dem bereits früher betrachteten Kalibrationsstandard mit den inversen Pyramiden zeigt sich aber, daß zumindest zwei zueinander senkrechte Profillinien (bei Ausrichtung des Kalibrationsstandards wie in Abb. 2.12 exakt in x- und y-Richtung) fast immer exakt rekonstruiert werden können. Eine Möglichkeit wäre nun, den Standard in kleinen Winkelschritten zu drehen und immer wieder abzubilden. Dann könnte man sich im Prinzip beliebig viele Profile in allen gewünschten Richtungen zu bestimmen. In der Praxis ist dies jedoch nicht praktikabel, da bei jeder erneuten Annäherung des Sensors an die Oberfläche die Gefahr besteht, daß sich die Spitze irreversibel verändert. Die vom Programm "RKMGeometrie" (siehe Anhang) vorgesehene Möglichkeit "Spitzenrekonstruktion" besteht deswegen darin, nur die bei einmaliger Verwendung des Sensors korrekt gewonnenen Profile zu benützen, um die nicht so gut bestimmten Zwischenbereiche zu extrapolieren. Dies ergibt im allgemeinen bereits eine recht gute Beschreibung des Sensors.

2.2.4. Beurteilung des Ergebnisses

Jetzt wollen wir uns der Beurteilung der Qualität möglicher Bildrekonstruktionen zuwenden. Sowohl bei der Rekonstruktion einer Probenoberfläche als auch bei der Spitzenrekonstruktion wird es nicht an allen Stellen gelingen, die wahre Topographie vollständig zu rekonstruieren. Vielmehr ist es so, daß an allen Stellen, an welchen während der wirklichen RKM-Abbildung mehrfache Kontakte zwischen dem Sensor und der Oberfläche auftreten, unumkehrbar Informationen über die wahre Oberfläche verloren gehen (vergleiche Abb. 2.21). Diese Stellen lassen sich jedoch nachträglich lokalisieren. Aus Abb. 2.25 läßt sich erkennen, daß es an all solchen Stellen bei der Bildrekonstruktion zu einer Abformung eines Teils der Spitze kommt. Will man also diese Stellen identifizieren, so kann man einfach die rekonstruierte Oberfläche erneut simuliert (wie in 2.2.1 beschrieben) abbilden. An jeder Position, in welcher

ursprünglich mehr als ein Kontakt zwischen Sensor und Oberfläche stattfand, wird es auch bei der erneuten Abbildung zu mehrfachen Kontakten kommen. In der Regel wird es sich dabei sogar um mehr Kontaktpunkte handeln als bei der ursprünglichen wahren Abbildung (in Abb. 2.25 werden aus den ursprünglichen zwei Kontaktpunkten so z.B. sechs). Bei der erneuten Abbildung wird dabei ein zusätzliches Bild erstellt ("Eigenschaftsbild"), in welchem die Anzahl der Kontaktpunkte bei der Abbildung lokal eingetragen werden. Zusätzlich gewinnt man durch diese erneute Abbildung ein weiteres Bild, welches dem ursprünglichen RKM-Bild entspricht, falls alle Operationen sinnvoll waren. So könnte es z.B. vorkommen, daß sich der Sensor zwischen der Abbildung des Kalibrationsstandards und der Probenoberfläche verändert hat, oder die Oberfläche während der Abbildung gedriftet ist. Dann wird das simuliert abgebildete Bild i.a. nicht mehr dem originalen RKM-Bild entsprechen.

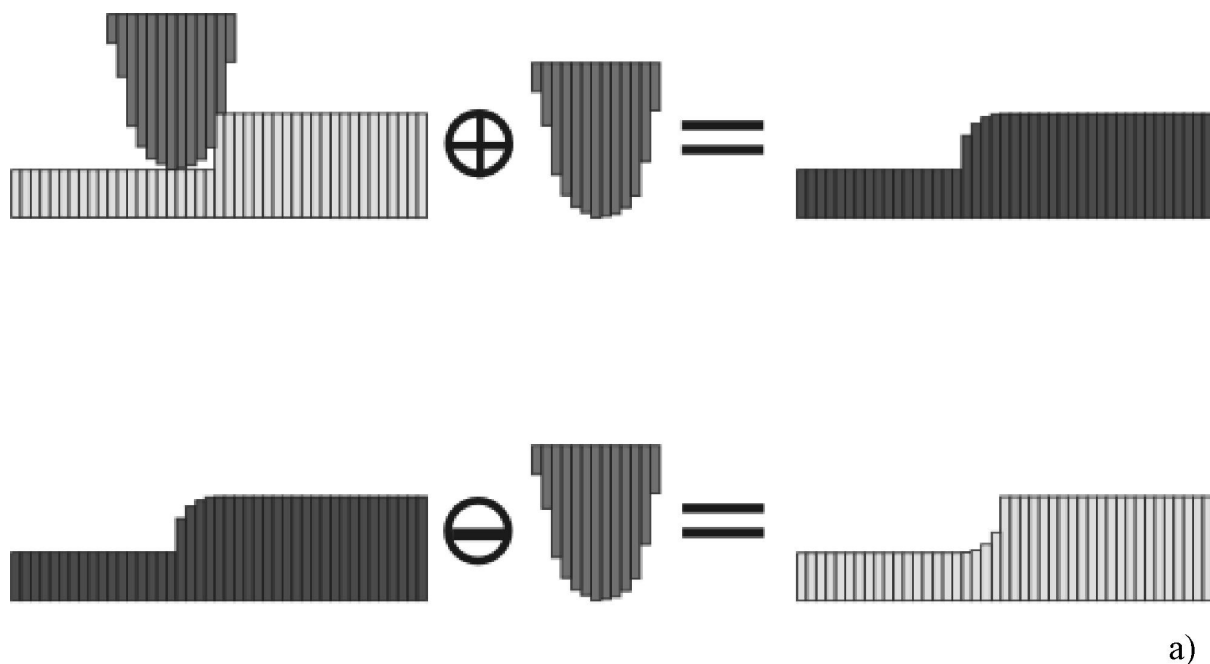


Abb. 2.25:

a) Symbolische Darstellung der beiden vorgestellten Prozesse. Oben: Bildverfälschung bzw. Simulation einer rastermikroskopischen Aufnahme. Unten: Bildrekonstruktion. b) Fragwürdige Bereiche (Mehrfachkontakte bei der Bildaufnahme) führen auch bei der simulierten Wiederabbildung der rekonstruierten Oberfläche zu Mehrfachkontakten, da in diesen Bereichen ein Teil der Spitzenkontur "abgeformt" wird.

Insgesamt ist es also möglich, mittels einiger weniger Operationen RKM-Bilder erheblich aufzuwerten und anschließend das verbesserte Ergebnis auf Konsistenz hin zu überprüfen.

Abb. 2.26 zeigt dazu noch einmal alle vorgeschlagenen Prozeduren als Flußdiagramm, wie sie auch in "RKMGeometrie" verwirklicht wurden.

Weitere Literaturhinweise zur Thematik der Bildverfälschung findet man auf der Zusatz-CD oder auf der Internetseite des Autors: "www.scanning-force-microscopy.de".

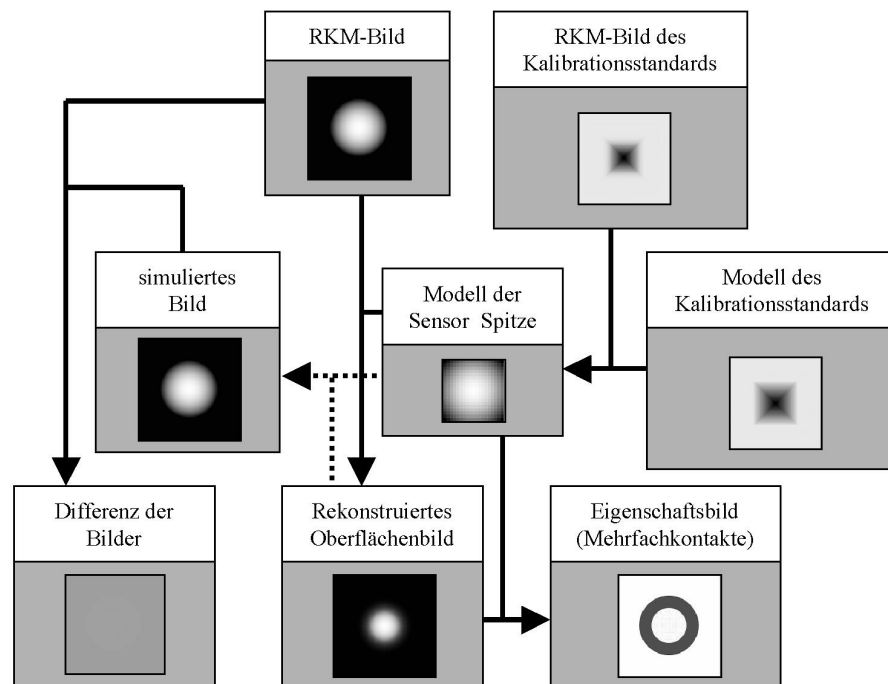


Abb. 2.26:

Schematischer Überblick über alle vorgestellten Prozesse, wie sie in "RKMGeometrie" (siehe Anhang) verwirklicht sind. Ausgangspunkt sind zwei RKM-Bilder: eines von der zu untersuchenden Struktur und eines von einem Kalibrationsstandard. Das Kalibrationsstandardbild erlaubt es mittel eines Modells dieses Standards ein Modell der Spitze zu erstellen. Dieses wird benützt, um die wahre Oberfläche zu rekonstruieren. Anschließend wird das rekonstruierte Oberflächenbild (simuliert) erneut mit der rekonstruierten Spitze abgebildet und es werden Anzahl und Positionen von Mehrfachkontakten bestimmt ("Eigenschaftsbild"). Die Differenz aus simulierter und ursprüngliche Abbildung zeigt keine Strukturen, falls die Rekonstruktion konsistent ist.

2.2.5. Simulationen

Als Test für die vorgeschlagenen Prozeduren wurden mehrere Durchläufe mit simulierten RKM-Abbildungen (wie in 2.2.1 beschrieben) durchgeführt. Dies erlaubt, die rekonstruierten Bilder mit den ursprünglichen, künstlich erstellten Oberflächenbildern zu vergleichen. Hier sollen lediglich einige Beispiele betrachtet werden, um die Effizienz der Rekonstruktion aufzuzeigen. In Abbildung 2.27 a1-c1 sind die künstlich erstellten Bilder einer Pyramide,

einer Halbkugel und eines halbkugelförmigen Lochs dargestellt (die Maße der Objekte können der Bildunterschrift entnommen werden).

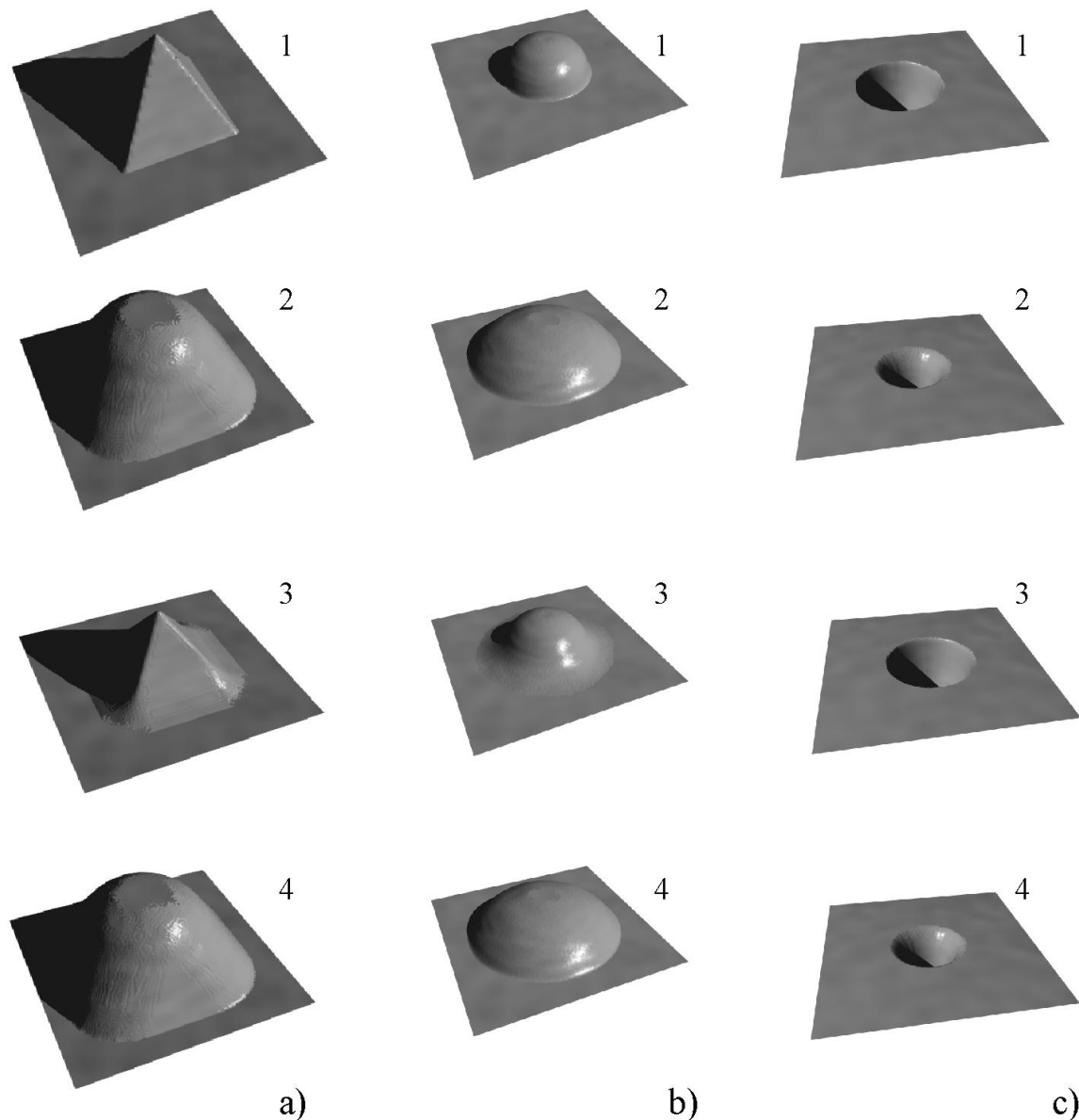
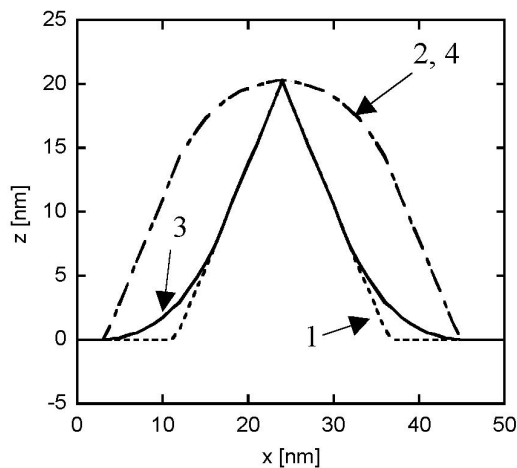


Abb. 2.27:

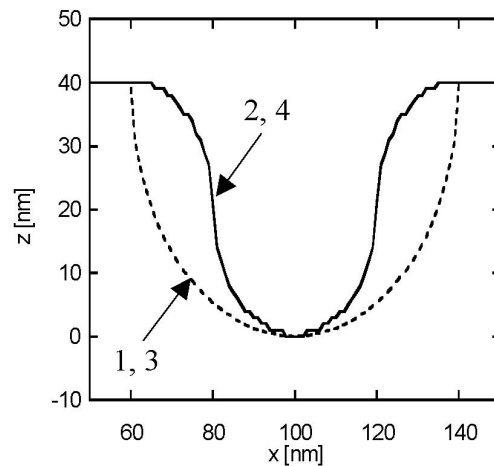
Simulierte RKM-Abbildungen und anschließende Bildrekonstruktionen. **a)** 1: Künstlich erstelltes Modell einer Pyramide ($25 \times 25 \text{ nm}^2$, $h = 20 \text{ nm}$). 2: Simulierte Abbildung von 1 mittels sphärischer Spitze mit $R = 20 \text{ nm}$. 3: Rekonstruiertes Oberflächenbild. 4: Erneute simulierte Abbildung von 3 (dieselbe Spitze). **b)** 1: Modell einer Halbkugel ($R = 20 \text{ nm}$). 2: Simulierte Abbildung von 1 mit sphärischer Spitze ($R = 20 \text{ nm}$). 3: Rekonstruktion. 4: Erneute Abbildung von 3. **c)** Halbkugelförmiges Loch ($R = 40 \text{ nm}$). 2: Simulierte Abbildung (Sphärische Spitze, $R = 20 \text{ nm}$). 3: Rekonstruktion. 4: Wiederabbildung.

Eine simulierte Abbildung mit einer sphärischen Spitze (Radius $R = 20 \text{ nm}$) dieser Objekte ergibt die mit 2 gekennzeichneten Abbildungen. Eine anschließende Bildrekonstruktion führt

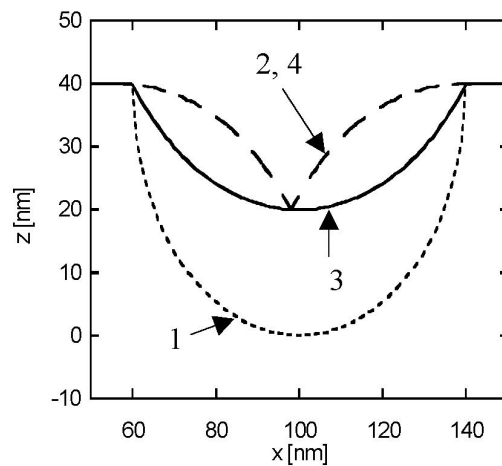
zu den Ergebnissen 3. Die rekonstruierten Oberflächenbilder (3) sehen den ursprünglichen Objekten (1) wesentlich ähnlicher als die RKM-Bilder (2). Im Falle der Pyramide sind z.B. die scharfe Spitze und große Teile der Kanten wieder deutlich zu erkennen. Lediglich ein kleiner Bereich in unmittelbarer Nähe der Basis der Pyramide wurde nicht korrekt rekonstruiert. Dort erkennt man bei genauer Betrachtung einen abgeformten Teil der Spitze, da bei der Abbildung hier jeweils Doppelkontakte auftraten. Entsprechendes gilt genauso für die Halbkugel. Die Rekonstruktion des Lochs führt im gezeigten Beispiel sogar wieder zum originalen Bild zurück. Wie wir gleich sehen werden, ist dies jedoch keineswegs selbstverständlich. In Abb. 2.28 a sind Profile in x-Richtung durch den jeweiligen höchsten Wert der Bilder in Abb. 2.27 a dargestellt und auf dieselbe Weise durchnummeriert. Hier erkennt man besonders deutlich, wie gut die ursprüngliche Struktur reproduziert werden kann, auch wenn sich die maximale Breite nicht perfekt wiedergeben läßt.



a)



b)



c)

Abb. 2.28:

a) Profile von links nach rechts durch die Bildmitten von Abb. 2.27 a. Numerierung entsprechend wie dort. **b)** Analog zu a) Profile durch Abb. 2.27 c. **c)** Profile, wie sie sich in Abb. 2.27 d ergeben würden, wenn man statt einer sphärischen Spitze mit $R = 20$ nm eine mit $R = 50$ nm verwendet.

Abb. 2.28 b zeigt hingegen die zu Abb. 2.27 c gehörigen Profile, nur daß diese hier natürlich durch den kleinsten Bildwert gelegt wurden. Da die abbildende Spitze mit $R = 20$ nm klein und scharf genug war, ist es in diesem Beispiel tatsächlich möglich, die wahre Form perfekt zu bestimmen (während der (simulierten) Abbildung kam es zu keinerlei Mehrfachkontakten zwischen Spitze und Oberfläche). Bildet man jedoch dasselbe Loch mit einer etwas "stumpferen" Spitze ($R = 50$ nm) ab, so ergeben sich die Profile aus Abb. 2.28 c (entsprechende Bilder wurden in Abb. 2.27 aus Platzgründen weggelassen, da sie augenscheinlich nicht sehr verschieden von Abb. 2.27 c sind). Jetzt gelingt es der Spitze nicht mehr vollständig, in die Struktur einzudringen, und die gemessene Tiefe ist wesentlich reduziert. Ferner kommt es dann natürlich zu Mehrfachkontakten, und zwar, während sich die Spitze gerade über dem Zentrum des Lochs befindet, die problematischen Zonen sind also identifizierbar. Dennoch kann der Durchmesser und auch die Form des Lochs noch recht gut bestimmt werden.

Es sei noch einmal angemerkt, daß bei Erhöhungen prinzipiell immer die Breiten verfälscht werden und die (maximalen) Höhen sich korrekt bestimmen lassen. Im Gegensatz dazu lassen sich bei Löchern die Durchmesser gut bestimmen, während die Tiefen verfälscht sein können.

2.2.6. Meßbeispiele

In diesem Abschnitt werden wir sämtliche Prozeduren zur Bildrekonstruktion, wie sie in den vorangegangenen Abschnitte beschrieben wurden (siehe Abb. 2.26), an zwei exemplarischen Messungen demonstrieren.

In Abb. 2.29 a wird die Abbildung einer CaF_2 -Oberfläche nach Bestrahlung mit Xe-Ionen gezeigt. An jeder Stelle, an der ein Ion in das Material eingedrungen ist, erscheint ein kleiner Hügel auf der Oberfläche (vergleiche hierzu Kapitel 3). Abbildung d zeigt als weiteres Beispiel eine Ätzgrube auf Xe-bestrahltem Phlogopit (einem dunklen Glimmer), welche durch 30 s dauernde Ätzung mit 0,4 % HF gewonnen wurde. Beide Oberflächen und der Kalibrationsstandard aus Abb. 2.11 wurden nacheinander mit derselben Spitze vermessen. Anschließend wurde die Topographie des verwendeten Sensors mittels Spitzenrekonstruktion aus den (hier nicht gezeigten) Bildern des Kalibrationsstandards gewonnen. Das Ergebnis sieht man in den kleinen eingefügten Bildern in den Abb. a und b. Eine anschließende Bildrekonstruktion der beiden Oberflächen mit dieser Spitze liefert die Bilder b und e. Man beobachtet die gleichen Veränderungen, wie sie bereits in den reinen Simulationen des

vorangegangenen Abschnitts aufgetreten sind. Bei der erneuten (simulierten) Abbildung mit der rekonstruierten Spitze gelangt man fast vollkommen zum ursprünglichen Bild zurück (siehe c und f). Die Differenzbilder aus a und c, sowie d und f, zeigen entsprechend praktisch keinerlei Strukturen, weswegen sie hier nicht gesondert gezeigt werden. Überraschenderweise sind in beiden Fällen auch in den dazugehörigen Eigenschaftsbildern ("Anzahl der Kontaktpunkte") kaum Strukturen vorhanden. Während der Wiederabbildung kam es lediglich zu einigen wenigen Doppelkontakten (nur zwischen benachbarten Punkten) und keinerlei Mehrfachkontakten. Deshalb wurde zum Zwecke der Übersichtlichkeit auch auf deren Darstellung verzichtet.

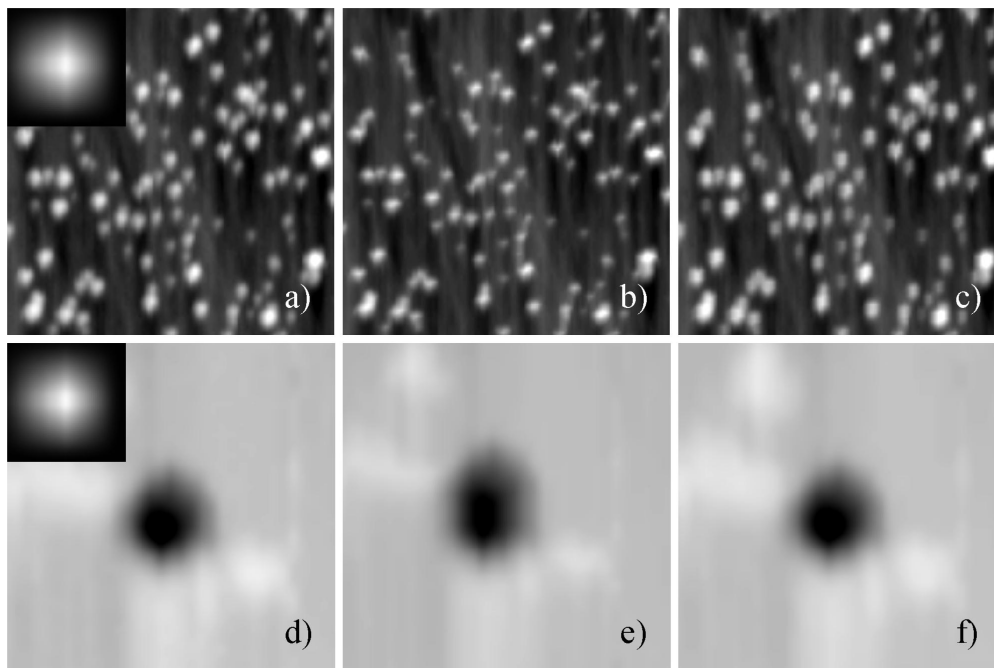


Abb. 2.29:

a) Topographiebild einer CaF_2 -Oberfläche nach Bestrahlung mit Xe-Ionen (Bildgröße: $400 \times 400 \text{ nm}^2$). Die Ionenspuren erscheinen als kleine Hügel (Höhe: wenige nm) an der Oberfläche. Das kleine eingefügte Bild zeigt die verwendete Sensorspitze, wie sie aus einer Spitzenrekonstruktion an einem Bild des Kalibrationsstandards aus Abb. 2.11 gewonnen wurde (dieser wurde mit der gleichen Spitze ebenfalls abgebildet). **b)** Rekonstruktion von a). **c)** Simulierte Abbildung von b). Es ergibt sich fast identisch das ursprüngliche RKM-Bild. **d)** Mit der selben Spitze wie in a) aufgenommene Ätzgrube in Phlogopit nach Bestrahlung mit Xe-Ionen und anschließendem Ätzen mit 0,4 %HF für 30 s (Bildgröße: $100 \times 100 \text{ nm}^2$). **e)** Rekonstruktion von d). **f)** Simulierte Abbildung von e).

Offensichtlich sind die Rekonstruktionen nicht nur konsistent, sondern es erscheint auch so, daß die Verfälschungen in den hier betrachteten Fällen tatsächlich größtenteils reversibel sind. Allerdings sind die hier besprochenen Korrekturen in der Praxis nicht immer ganz einfach durchführbar. Es waren mehrere Abbildungsversuche notwendig, bevor es gelungen ist,

mehrere Strukturen nahezu zweifelsfrei mit einer beinahe unveränderten Spitze abzubilden. Zur Kontrolle wurde dazu jeweils die erste Messung (im gezeigten Beispiel die Messung an CaF_2) nach der Abbildung der beiden anderen Strukturen wiederholt. Falls sich die Spitze während der wiederholten Annäherungen an die Oberflächen nicht verändert, muß dann die letzte Messung quantitativ mit der ersten übereinstimmen, d.h. ein identisches Ergebnis (für durchschnittliche Höhen und Radien) liefern. Bei den Messungen in Kapitel 3 werden wir aus Gründen der Zweckmäßigkeit die in Kapitel 2 gewonnenen Erkenntnisse in etwas abgewandelter Form verwenden (siehe 3.2.2). Zum Zeitpunkt der Entwicklung der beschriebenen Prozeduren waren bereits viele Messungen vorhanden, bei denen nicht immer auch ein Kalibrationsstandard mitabgebildet worden ist. Zusätzlich würde die Vorgehensweise, wie hier beschrieben wurde, bei allen Messungen den Aufwand unangemessen erhöhen.

