

# Atomic Force Microscope (AFM)

**Simon Breitler**, *Studiengang Chemie, 5. Semester*, brsimon@student.ethz.ch

**Matthias Geibel**, *Studiengang Chemie, 5. Semester*, mgeibel@student.ethz.ch

**Daniel A. Frick**, *Studiengang Chemie, 5. Semester*, frickd@student.ethz.ch

**Assistent:** Lutz Petersen

## Team 4

Abstract: In diesem Versuch wurden mit Hilfe eines AFM verschiedenen Oberflächen und darauf haftende Substrate analysiert, sowie die Kraftkonstante einer Ziploc-Tüte und der Ausdehnungskoeffizienten eines Piezo-Elements ermittelt. Mit Hilfe der Referenzprobe BT01015 wurden die optimalen Einstellungen für das AFM gesucht. Die Analyse der wässrige 140 nm Latex Probe ergab, dass die Partikel unregelmässig verteilt waren. Durch die Behandlung mit Dichlormethan zur Immobilisierung der Latexkügelchen, sind diese zudem um mehr als ein Drittel ihrer ursprünglichen Grösse geschrumpft. In der 15 nm Gold-Kolloid Lösung wurde die durchschnittliche Grösse der Körner auf circa 6 - 15 nm bestimmt. Die PS/PMMA Mischung in 2-Butanon brachte keine brauchbaren Ergebnisse, die PS/PMMA Mischung in Toluol konnte vermessen werden; und die einzelnen Domänen der Polymere sind gut sichtbar und konnten unterschieden werden. Die Federkonstante der Ziploc-Tüte für die Innenseite beträgt 0.16 N/m, für die Aussenseite 1.98 N/m. Der lineare Ausdehnungskoeffizient des Piezo-Elementes beträgt  $1.3 \cdot 10^{-9} \text{m/V}$ .

Zürich ZH, 14. Dezember 2007

# Inhaltsverzeichnis

|        |   |    |
|--------|---|----|
| 1.     | Einleitung.....                                   | 2  |
| 2.     | Theorie.....                                      | 2  |
| 2.1.   | Funktionsweise des Atomic Force Microscope .....  | 2  |
| 2.2.   | Der PDI-Regler .....                              | 3  |
| 2.3.   | Bestimmung der Federkonstante mit einem AFM ..... | 3  |
| 3.     | Experimentelles .....                             | 5  |
| 3.1.   | Verwendete Geräte .....                           | 5  |
| 3.2.   | Verwendete Substanzen.....                        | 5  |
| 3.3.   | Versuchsdurchführung .....                        | 5  |
| 3.3.1. | Optimierung der PI-Feedback Parameter .....       | 5  |
| 3.3.2. | Intrinsisches Rauschen .....                      | 5  |
| 3.3.3. | 140nm Latex Beads .....                           | 6  |
| 3.3.4. | Gold-Nanopartikel .....                           | 6  |
| 3.3.5. | PS/PMMA nicht mischende Polymer Mischung.....     | 6  |
| 3.3.6. | Ziploc-Tüte.....                                  | 6  |
| 3.3.7. | Piezo Element .....                               | 6  |
| 4.     | Resultate.....                                    | 7  |
| 4.1.   | Optimierung der PI-Feedback Parameter .....       | 7  |
| 4.2.   | Intrinsisches Rauschen .....                      | 9  |
| 4.3.   | 140 nm Latex Beads.....                           | 10 |
| 4.4.   | Gold-Nanopartikel .....                           | 10 |
| 4.5.   | PS/PMMA nicht mischende Polymer Mischung.....     | 11 |
| 4.6.   | Ziploc-Tüte.....                                  | 12 |
| 4.7.   | Piezo-Element.....                                | 13 |
| 5.     | Diskussion .....                                  | 13 |
| 6.     | Anhang.....                                       | 14 |
| 6.1.   | Literaturverzeichnis .....                        | 14 |
| 6.2.   | Laborjournal .....                                | 14 |

# 1. Einleitung [1]

In der Atomic Force Microscope (AFM) Spektroskopie werden mit einer hauchdünnen Silizium Spitze, dem so genannten Cantilever, Oberflächen abgetastet und dadurch abgebildet. Es wurden zwei verschiedene Betriebsmodi, der „contac“ und der „intermitten“ Modus verwendet. Beim contac-Modus wird der Cantilever mit einer konstanten Kraft auf eine Oberfläche gedrückt, dadurch kann die Oberflächenstruktur dargestellt werden. Beim intermitten-Modus wird der Cantilever auf der Stelle auf- und abgefahren, dadurch können Kraftkonstanten von Oberflächen sowie die Ausdehnungskoeffizienten von Piezo-Elementen beim Anlegen einer Spannung gemessen werden.

## 2. Theorie [1]

### 2.1. Funktionsweise des Atomic Force Microscope

Die Funktionsweise des Atomic Force Microscope kann am anschaulichsten mit dem eines alten Plattenspielers verglichen werden. Beim Plattenspieler fährt eine dünne Nadel entlang der Ton-Rille, durch die Vertiefungen bewegt sich die Nadel auf und ab. Diese mechanische Bewegung wird verstärkt und anschliessend als Ton ausgegeben. Beim AFM wird der Cantilever, eine dünne, langgezogene Silizium Spitze regelmässig über die Probe gefahren. Die Bewegung des Cantilevers wird dabei gespeichert und dient dazu, die Topographie der Oberfläche darzustellen.

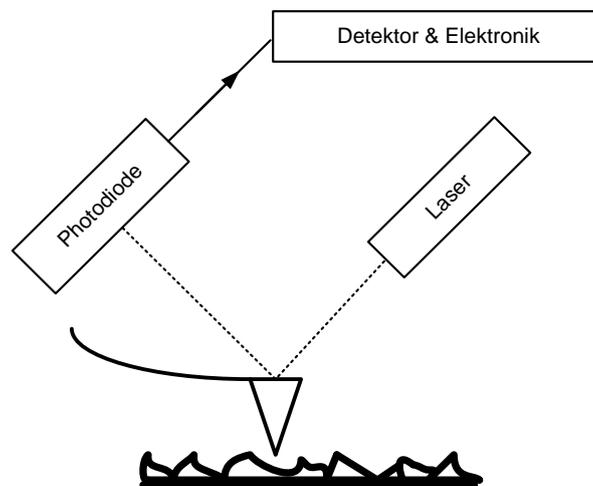


Abbildung 1: Schematische Darstellung eines AFM mit dem Cantilevers.

Da im Gegensatz zu einem Plattenspieler die Dimensionen beim AFM um einige Grössenordnungen kleiner sind, wird die Bewegung des Cantilever statt mechanisch mit Hilfe eines Lasers detektiert. Dazu wird ein Laserstrahl auf der Rückseite des Cantilevers gespiegelt. Je nach Position der Spitze verbiegt sich der Cantilever etwas, was eine Änderung der Position des Strahls auf dem Detektor zur Folge hat. Somit können selbst Änderungen im Bereich von wenigen Nanometer detektiert werden.

Der Cantilever kann in alle drei Raumrichtungen bewegt werden. Eine erste grobe Einstellung wird durch das Platzieren der Probe unter dem Cantilever, sowie den drei Höheneinstellschrauben erreicht. Danach kann die Nadel vorsichtig mit Hilfe eines eingebauten Piezo-Elementes der Oberfläche angenähert werden. Beim letzten Schritt wird der Cantilever von der Software soweit an die Probe angenähert bis eine bestimmte Kraft auf den Cantilever wirkt.

## 2.2. Der PDI-Regler

Um beim contac-Modus immer die gleiche Kraft auf die Probe auszuüben, verwendet man beim AFM einen PID-Controller. Der PID-Controller vergleicht ständig die Soll-Werte der wirkenden Kraft mit den Ist-Werten. Der Ist-Wert entspricht der tatsächlichen Kraft, welcher den Cantilever aktuell verbiegt. Der Soll-Wert ist die Kraft die auf den Cantilever wirken soll. Diese Regelschleife stellt über ein Piezoelement die entsprechende Höhe des Cantilevers über der Probe und somit auch die Kraft ein. Der zeitliche Verlauf des Stellwertes  $S(t)$  in Abhängigkeit des Ist  $I(t)$  und des Soll-Wertes  $I_0$  kann dabei aus drei verschiedenen Anteilen zusammen gefügt werden:

$$1. \text{ Proportionale Grösse: } S_p = \alpha_p \cdot (I(t) - I_0) \quad (1)$$

$$2. \text{ Integrale Grösse: } S_I = \alpha_I \cdot \int (I(t) - I_0) \quad (2)$$

$$3. \text{ Differentielle Grösse: } S_d = \alpha_p \cdot \frac{d}{dt} (I(t) - I_0) \quad (3)$$

Stimmt der Ist-Wert  $I(t)$  nicht mehr mit dem Soll Wert  $I_0$  überein, versucht der PID-Regler den Ist-Wert wieder anzugleichen. Drei mögliche Fälle sind in Abbildung 2 dargestellt.

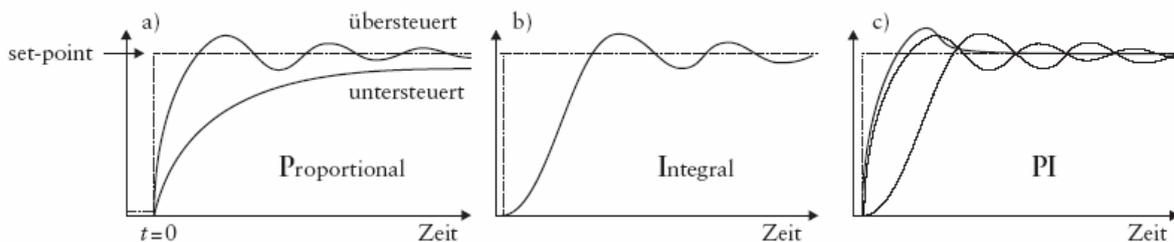


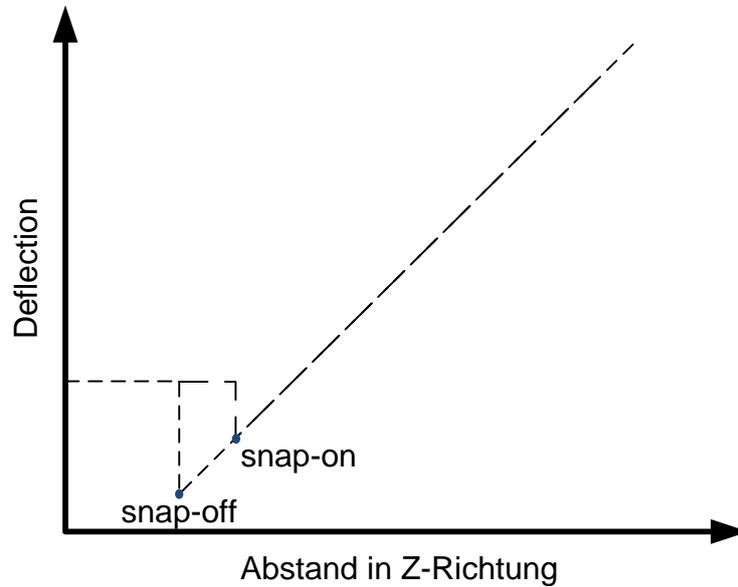
Abbildung 2: Drei verschiedene Reaktionen des PID Regler mit unterschiedlichen Einstellungen auf eine Veränderung des Soll-Wertes  $I_0$ .

Jeweils zum Zeitpunkt  $t=0$  wird der Soll-Wert auf den set-point gesetzt. Das System in Abbildung 2a zeigt den proportionalen Anteil welcher beim unter- oder übersteuern sehr lange braucht bis er sich auf den set-point eingestellt hat. In Abbildung 2b ist der integrale Bestandteil dargestellt, addiert man den proportionalen sowie den integralen Teil wie in Abbildung 2c pendelt sich der Ist-Wert schnell auf den Soll-Wert ein. Durch die Verschiebung des integralen Anteils um eine halbe Periode kann die Schwingung die beim Einstellen der Kraft eintritt gedämpft werden. Um jedoch eine möglichst grosse Verstärkung bei gleichzeitigem Schutz der Elektronik zu erreichen, wird ein zusätzlicher differentieller Anteil dem Stellwert  $S(t)$  beigefügt, dadurch kann der P-Wert weiter erhöht werden, ohne das es zu unerwünschten Schwingungen kommt.

## 2.3. Bestimmung der Federkonstante mit einem AFM

Um mit einem AFM die Federkonstante einer Oberfläche zu bestimmen, muss der Betriebsmodus vom contac-Modus auf den intermitten-Modus umgestellt werden. Beim Auf und Ab bewegen des Cantilever kann es zum sogenannten snap-on und snap-off kommen. Beim Annähern des Cantilevers an die Probe kann der Cantilever durch Adhäsionskräfte plötzlich aus der Ruhelage angezogen

werden. Dies wird snap-on genannt. Beim snap-off geschieht das Gegenteil, beim Entfernen des Cantilevers von der Oberfläche springt der Cantilever plötzlich zurück in die Ruhelage, da die Adhäsionskräfte nicht mehr stark genug sind um ihn auf der Probe zu halten. Der Cantilever wird nun langsam auf die Probe und wieder weg gefahren, dabei wird ein Deflection-Distance-Plot aufgenommen.



**Abbildung 3:** Schematischer Deflection-Abstand-Plot mit den beiden snap-on und snap-off Punkten eingezeichnet.

Die Steigung in einem Deflection-Abstand-Plot hängt dabei wie folgt von den beiden Federkonstanten ab:

$$\frac{dF}{dz} = \frac{1}{\frac{1}{k_{\text{Cantilever}}} + \frac{1}{k_{\text{Probe}}}} \quad (4)$$

Mit der Steigung aus gemessenen Spektren sowie der Federkonstante der Cantilevers kann die Federkonstante der Probe gemessen werden.

## 3. Experimentelles

### 3.1. Verwendete Geräte

Es wurde ein AFM des Typs Nanosurf easyScan 2 verwendet. Ein schematischer Aufbau kann der Abbildung 1 entnommen werden. Der verwendete Cantilever war ein 400  $\mu\text{m}$  langer und 2  $\mu\text{m}$  dicker Silizium Streifen mit einer Federkonstante von  $k_{\text{Cantilever}}=0.2 \text{ N/m}$  [1].

### 3.2. Verwendete Substanzen [2]

|                                     |   |                        |  |
|-------------------------------------|---|------------------------|--|
| <b>Ethanol</b>                      |   | <b>Methylenchlorid</b> |  |
| Formel:                             | $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$                | Formel:                | $\text{CH}_2\text{Cl}_2$                       |
| Molekulargewicht:                   | 46.06 g/mol                                   | Molekulargewicht:      | 84.93 g/mol                                    |
| Dichte:                             | 0.785 kg/l                                    | Dichte:                | 1.325 kg/l                                     |
| Gefahrensymbol:                     | F   | Gefahrensymbol:        | Xn   |
| R&S Sätze:                          | R11, S16, S7                                  | S&R Sätze:             | R20, R40, S24                                  |
| <b>Methanol</b>                     |   | <b>Toluol</b>          |  |
| Formel:                             | $\text{CH}_4\text{O}$                         | Formel:                | $\text{C}_7\text{H}_8$                         |
| Molekulargewicht:                   | 32.04 g/mol                                   | Molekulargewicht:      | 92.14 g/mol                                    |
| Dichte:                             | 0.791 kg/l                                    | Dichte:                | 0.865 kg/l                                     |
| Gefahrensymbol:                     | F, T  | Gefahrensymbol:        | F, Xn  |
| R&S Sätze:                          | R11, R23/25, S16, S2, S24, S7                 | R&S Sätze:             | R11, R38, R48/20, R63, R65, R67, S16, S46, S62 |
| <b>PMMA</b>                         |   | <b>Poly(styrol)</b>    |  |
| Formel:                             | $(\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2)_n$          | Formel:                | $(\text{C}_8\text{H}_8)_n$                     |
| Dichte:                             | 1.18 kg/l                                     | Dichte:                | 1.05 kg/l                                      |
| R&S Sätze:                          | S24/25  | R&S Sätze:             | S24/25   |
| <b>3-Aminopropyltrimethoxysilan</b> |   | <b>2-Butanon</b>       |  |
| Formel:                             | $\text{C}_6\text{H}_{17}\text{NO}_3\text{Si}$ | Formel:                | $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$                 |
| Molekulargewicht:                   | 179.29 g/mol                                  | Molekulargewicht:      | 72.10 g/mol                                    |
| Dichte:                             | 1.01 kg/l                                     | Dichte:                | 0.805 kg/l                                     |
| Gefahrensymbol:                     | Xi  | Gefahrensymbol:        | Xi, F  |
| R&S Sätze:                          | R36, S26                                      | R&S Sätze:             | R11, R36, R67, R66, S16, S9                    |

Tabelle 1: Verwendete Substanzen

### 3.3. Versuchsdurchführung

#### 3.3.1. Optimierung der PI-Feedback Parameter

Nach dem richtigen Positionieren des Standards No BT01015 (Microstructure, X/Y Periodizität: 10  $\mu\text{m}$ , 98 nm Höhe) wurde jeweils eine Linie im Bereich von 42.4  $\mu\text{m}$  mit 256 Punkte pro Linie gemessen. Dabei wurde jeweils ein Parameter, entweder der P-, der I- oder der D-Anteil des Stellwertes, verändert und die Reaktion des Systems auf diese Änderung gemessen.

#### 3.3.2. Intrinsisches Rauschen

Für diesen Versuch wurde der Cantilever einige Millimeter von der Probe entfernt. Mit Hilfe des im Programm Nanosurf Easyscan 2 eingebauten Tools „Calculate Line Roughness“ wurde die RMS-Rauigkeit, sowie die maximalen und minimalen Abweichungen bestimmt.

### 3.3.3. 140nm Latex Beads

Es wurden zwei Proben vorbereitet. Auf ein mit Methanol gereinigtes Deckglas wurde eine wässrige Latex Lösung aufgebracht. Die Lösung wurde bei der ersten Probe mit Hilfe eines Spincoaters (15s bei 3000 rpm) aufgebracht, bei der zweiten Probe wurde die Lösung auf einem auf 100 °C erhitzten Deckglas fein verteilt. Anschliessend wurden die Deckgläser für drei Minuten einer Methylenchlorid-Atmosphäre ausgesetzt um die Haftung der LatexBeads auf dem Glas zu erhöhen. Die erste Probe wurde anschliessend vollständig gescannt, die Messung der zweiten Probe wurde aufgrund der schlechteren Qualität vorzeitig abgebrochen.

### 3.3.4. Gold-Nanopartikel

Ein mit Methanol gereinigtes Deckglas wurde auf dem Spincoater (15s bei 3000 rpm) mit einer Lösung von 3-Aminopropyltrimethoxysilan beschichtet. Anschliessend wurden einige Tropfen der 15 µm Gold-Kolloid Lösung aufgetragen und die überschüssige Lösung mit wenig destilliertem Wasser abgespült.

### 3.3.5. PS/PMMA nicht mischende Polymer Mischung

Es wurden zwei Proben vorbereitet. Die erste mit dem Lösungsmittel 2-Butanon und die Zweite mit Toluol. Mit den jeweiligen Lösungsmitteln wurden eine aus 1:5 Gewichtsanteile bestehende Lösung aus Polystyrol beziehungsweise Polymethylacrylat hergestellt. Die beiden Polymerlösungen wurden anschliessend zu gleichen Teilen gemischt und mit Hilfe des Spincoaters (15s bei 3000 rpm) auf goldbeschichtet Deckgläschen aufgetragen. Für die Messung wurde mit einem Skalpell ein kleiner Kratzer eingeritzt, über welchen anschliessend gescannt wurde.

### 3.3.6. Ziploc-Tüte

Ein kleines Stück aus einer Ziploc-Tüte wurde mit doppelseitigem Klebeband auf dem Probenhalter montiert. Anschliessend wurde mit Hilfe des Menüpunktes Spektroskopie ein Deflections-Abstand Plot und daraus die Kraftkonstante berechnet.

### 3.3.7. Piezo Element

Ein poliertes Piezo Element wurde direkt, ohne Klebstreifen, auf den Probenhalter aufgebracht. Anschliessend wurde die Deflection während einer Sekunde gemessen, wobei am Cantilever ein Potential von 10 V und am Probenhalter ein Potential von -10 V anlag. Die Kraft des Cantilevers auf die Probe wurde dabei auf 10 nN erhöht um den Kontakt zwischen der Spitze und der Probe zu erhöhen.

## 4. Resultate

### 4.1. Optimierung der PI-Feedback Parameter

Es wurden folgende Einflüsse der einzelnen Parameter festgestellt:

| $\alpha_p$ | $\alpha_i$ | $\alpha_d$ | Scann-Zeit | Kommentar                               |
|------------|------------|------------|------------|---|
| 10000      | 1000       | 0          | 1 s        | Leichtes Übersteuern, $z \approx 96$ nm |
| 10000      | 0          | 0          | 1 s        | Untersteuert, $z \approx 16$ nm         |
| 5000       | 0          | 0          | 1 s        | Untersteuert, $z \approx 16$ nm         |
| 15000      | 0          | 0          | 1 s        | Untersteuert, $z \approx 20$ nm         |
| 10000      | 400        | 0          | 1 s        | $z \approx 91$ nm                       |
| 20000      | 0          | 0          | 1 s        | $z \approx 34$ nm                       |
| 10000      | 400        | 0          | 0.5 s      | $z \approx 87$ nm                       |
| 10000      | 400        | 0          | 2 s        | $z \approx 97$ nm                       |
| 10000      | 400        | 0          | 0.1 s      | $z \approx 50$ nm                       |
| 10000      | 400        | 100        | 1 s        | $z \approx 90$ nm                       |
| 10000      | 400        | 1000       | 1 s        | $z \approx 90$ nm                       |
| 10000      | 1000       | 1000       | 1 s        | $z \approx 89$ nm                       |

Tabelle 2: Das Feedback beim Verändern der Parameter  $\alpha_p$ ,  $\alpha_i$  und  $\alpha_d$ .

Die besten Resultate konnten mit einer Scann-Zeit von 2 Sekunden erreicht werden, da jedoch die Verbesserung eine Verdoppelung der Messzeit nicht gerechtfertigt hätte, wurden alle weiteren Messungen mit einer Scann-Zeit von 1 s gemessen. Eine zu rasche Scannzeit führte dazu, dass der PID zu langsam war um die Änderung der Höhe jeweils schnell aus zu gleichen.

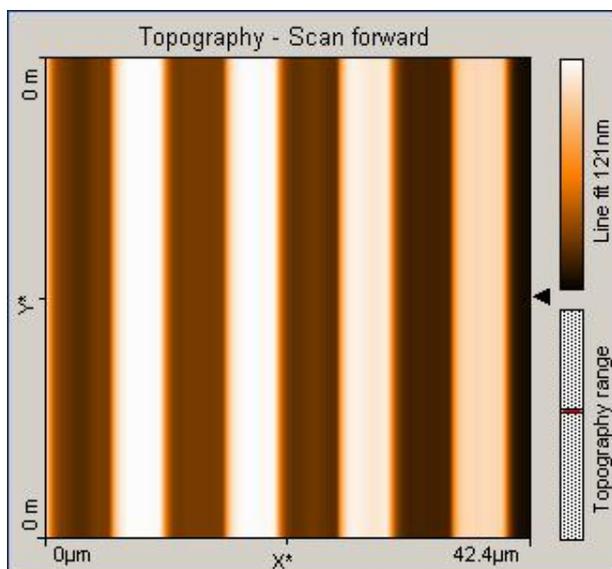


Abbildung 4: 3D-Topographie von der Referenzprobe (Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_i=400$ ,  $\alpha_d=0$ , Scann-Zeit 1s)

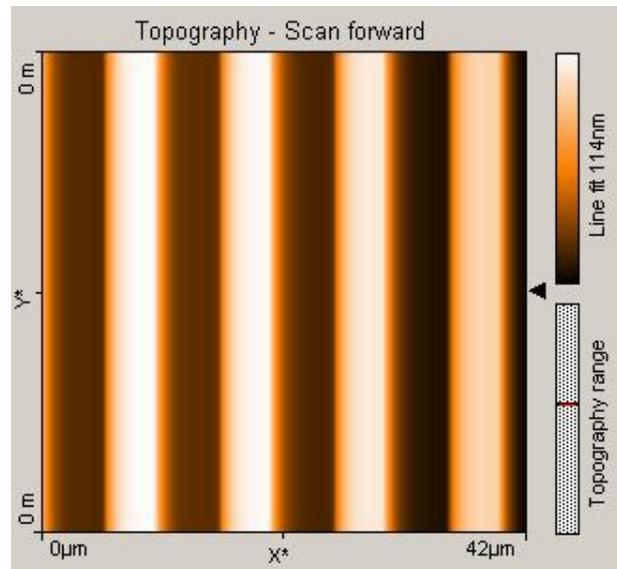


Abbildung 5: 3D-Topographie von der Referenzprobe (Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_i=400$ ,  $\alpha_d=0$ , Scann-Zeit 2s)

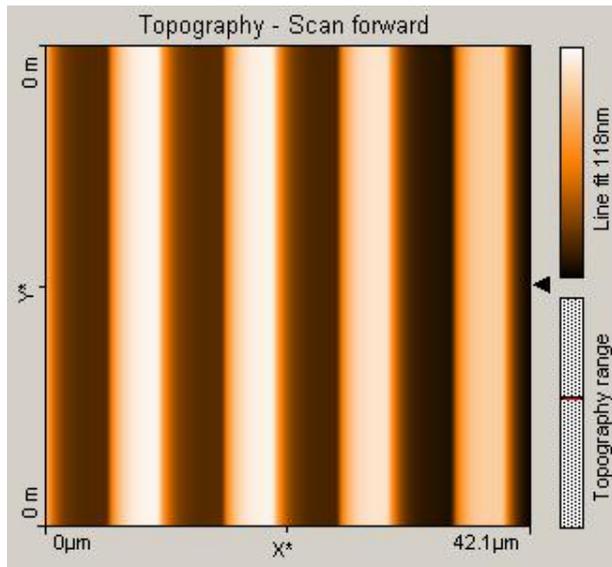


Abbildung 6: 3D-Topographie von der Referenzprobe  
(Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_i=400$ ,  $\alpha_D=0$ , Scann-Zeit 0.5s)

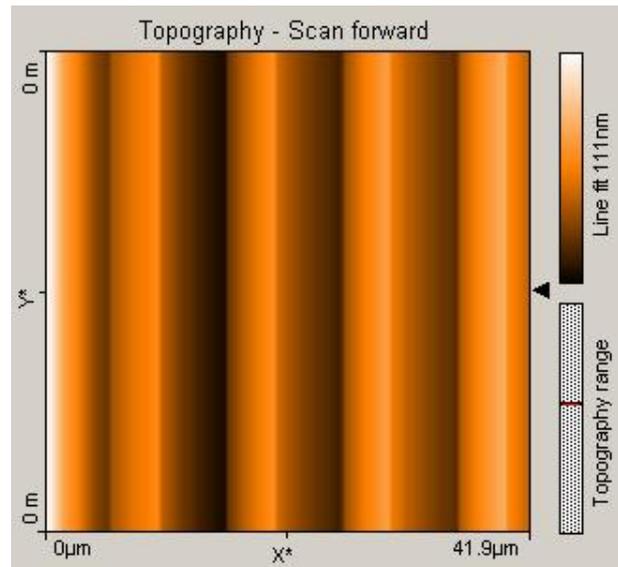


Abbildung 7: 3D-Topographie von der Referenzprobe  
(Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_i=400$ ,  $\alpha_D=0$ , Scann-Zeit 0.1s)

Mit der Scan-Zeit von 2 s konnte auch die Tiefe der Referenzprobe zuverlässig auf 97 nm gemessen werden, bei Durchläufen mit einer Scan-Zeit von 1 s war jeweils eine Tiefe von etwa 90 nm gemessen worden (Siehe Tabelle 2). Der Abstand wurde auf circa 10 nm bestimmt.

Die Veränderung des I-Gain bewirkte eine Veränderung der 3D-Orientierung der Nadel, nach jeder Änderung mussten die Winkel für die x- und y-Slopes wieder angepasst werden. Ohne I-Gain kam es zu Schwingungen des Cantilevers, welche in Abbildung 8 gut sichtbar sind.

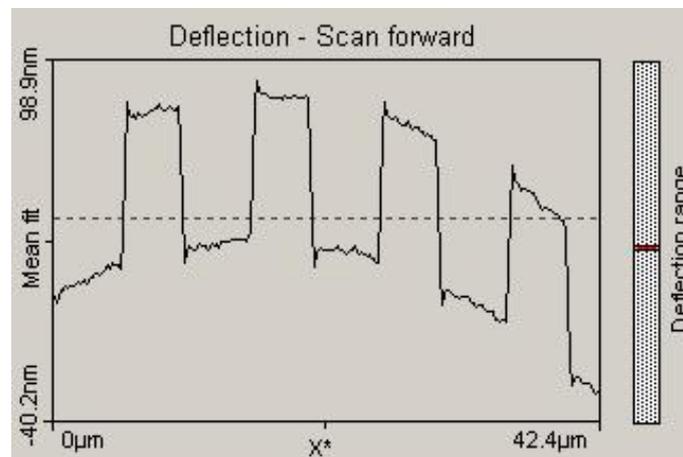


Abbildung 8: Deflection von der Referenzprobe  
(Einstellungen:  $\alpha_p=20000$ ,  $\alpha_i=0$ ,  $\alpha_D=0$ , Scann-Zeit 1s)

Aus der Breite der Peaks in Abbildung 9 und der Scan-Zeit wurde die Dauer der PDI-Regelverzögerung bestimmt, sie beträgt 0.055 Sekunden.

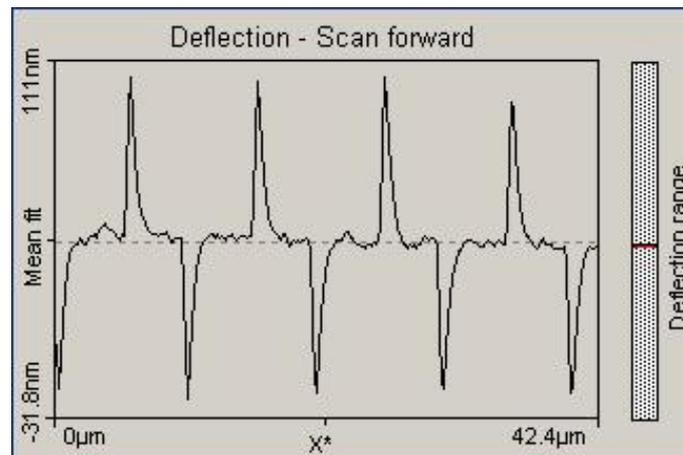


Abbildung 9: Deflection von der Referenzprobe  
(Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_i=400$ ,  $\alpha_d=0$ , Scann-Zeit 1s)

Bei der Hinzunahme von D-Gain konnte kein Schwingen beobachtet werden, dies ist auch nicht möglich, da der zusätzliche Term im Stellwert ein Überschwingen durch die Ableitung des Fehlersignals verhindert. Dadurch können auch Dämpfungen die grösser als 1 sind, ohne Gefahr für die Mechanik, verwendet werden.

## 4.2. Intrinsisches Rauschen

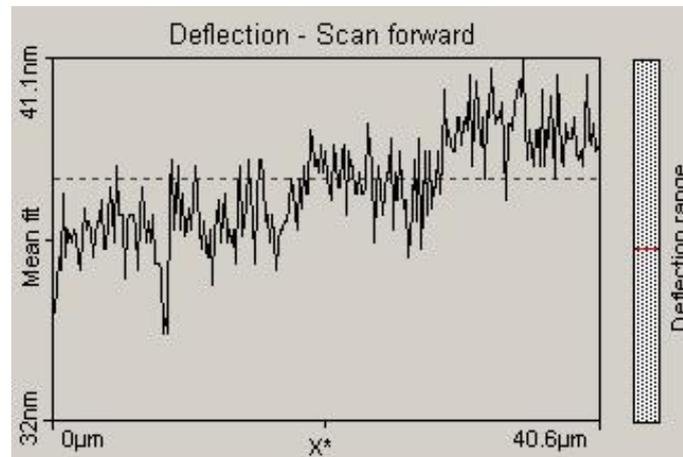


Abbildung 10: Deflection des Cantilevers ohne Kontakt zu einer Probe

Mit Hilfe des in die Software implementierten Tools „Calculate Line Roughness“ wurden folgende Werte bestimmt:

| Abkürzung | Bezeichnung        | Wert [nm] |
|-----------|--------------------|-----------|
| $R_a$     | Root mean square   | 0.71      |
| $R_q$     | Roughness average  | 0.88      |
| $R_v$     | Peak-Valley height | 4.9       |
| $R_p$     | Peak height        | 2.1       |
| $R_v$     | Valley depth       | -2.8      |
| $R_m$     | Mean value         | 38        |

Tabelle 3: Werte von "Calculated Line Roughness"

Der Wert Root mean square  $R_q$  gibt dabei den Fehler an, der durch das Rauschen verursacht wird. Er beträgt 0.88 nm.

### 4.3. 140 nm Latex Beads

In Abbildung 11 ist die Messung über einen Bereich von  $38.8 \times 40.2 \mu\text{m}$  der Latex Probe dargestellt. Es wurde keine regelmässige Anordnung der Latexkügelchen gefunden, sondern eher kleinere Agglomerationen. Es wurde kein Latexkügelchen gefunden, welches über  $100 \text{ nm}$  gross war, dies ist auf die Behandlung der Latexkügelchen mit Methylchlorid zurückzuführen welches die Kügelchen schrumpfen lässt. Die Grössenausdehnung der Kügelchen war somit auch um einiges grösser als die erwarteten  $140 \text{ nm}$ .

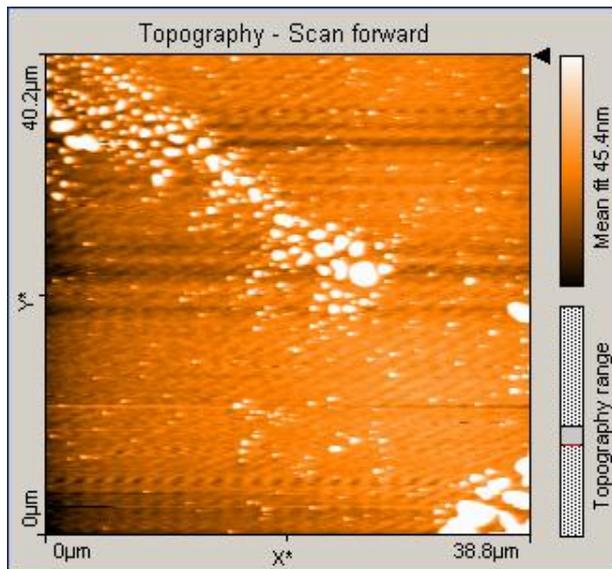


Abbildung 11: 140 nm Latex Beads - Spincoated  
(Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_i=400$ ,  $\alpha_b=1000$ , Scann-Zeit 1s)

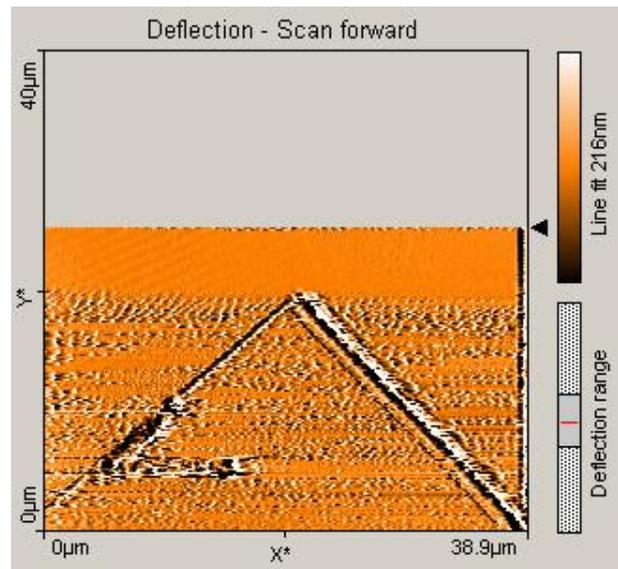


Abbildung 12: 140 nm Latex Beads Eintrocknet  
(Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_i=400$ ,  $\alpha_b=1000$ , Scann-Zeit 1s)

Abbildung 12 zeigt die Messung der Probe welche nicht auf dem Spincoater vorbereitet wurde, sondern bei welcher die Lösung fein verteilt und anschliessend eingetrocknet wurde. Da keine Latexkügelchen in der untern Hälfte sichtbar waren, wurde der Versuch in der Hälfte abgebrochen.

### 4.4. Gold-Nanopartikel

Abbildung 13 zeigt die Messung der Gold-Nanopartikel auf einer Fläche von  $997 \times 971 \text{ nm}$ . Einige der Goldpartikel wurden während der Messung vom Cantilever mit geschleppt, was Artefakte verursachte. Die durchschnittliche Höhe der Partikel war im Bereich von  $6\text{-}15 \text{ nm}$ , der Durchmesser reichte von  $32 - 64 \text{ nm}$ . Die Abweichung kann durch das Mitschleppen der Goldpartikel durch den Cantilever erklärt werden.

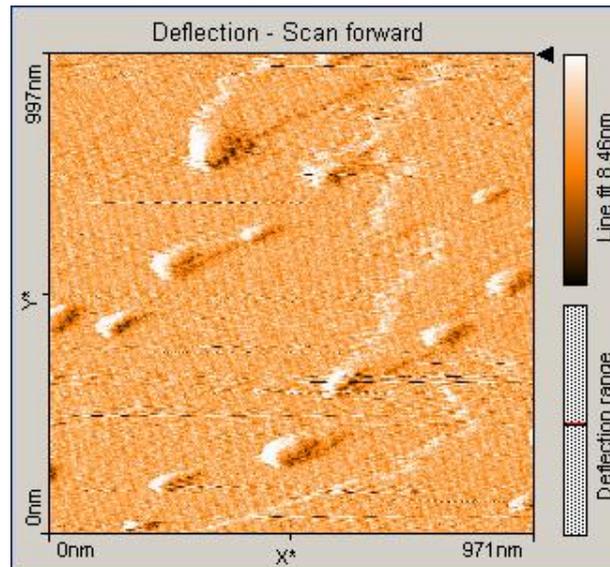


Abbildung 13: Topographie der Gold-Nanopartikel Probe  
(Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_t=400$ ,  $\alpha_D=1000$ , Scann-Zeit 1s)

#### 4.5. PS/PMMA nicht mischende Polymer Mischung

Wie in Abbildung 14 ersichtlich ist, konnten auf der 2-Butanon Probe keine Polymere gefunden werden. Anstelle der selbst erstellten PS/PMMA in Toluol Probe wurde die Probe des Assistenten verwendet. Abbildung 15 zeigt die PS/PMMA Mischung in Toluol, in der linken Diagonalhälfte wurden keine Polymere beobachtet. Die Diagonale zeigt einen Schnitt mit einem Skalpell, rechts von der Diagonale sieht man die Domänen der Polymere. Abbildung 16 und 17 zeigen einen vergrößerten Bereich aus der Abbildung 15. Zusätzlich zur Topographie ist in Abbildung 17 ein Deflections-Scan gezeigt, um die Kontraste hervorzuheben.

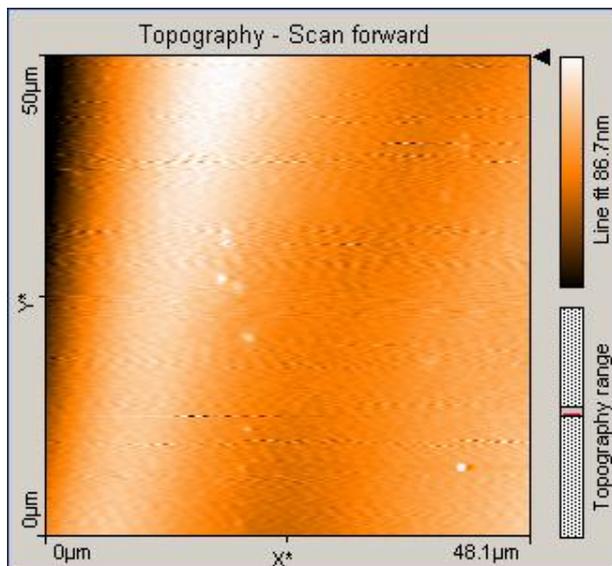


Abbildung 14: PS/PMMA in 2-Butanon ohne sichtbare Polymere (Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_t=400$ ,  $\alpha_D=1000$ , Scann-Zeit 1s)

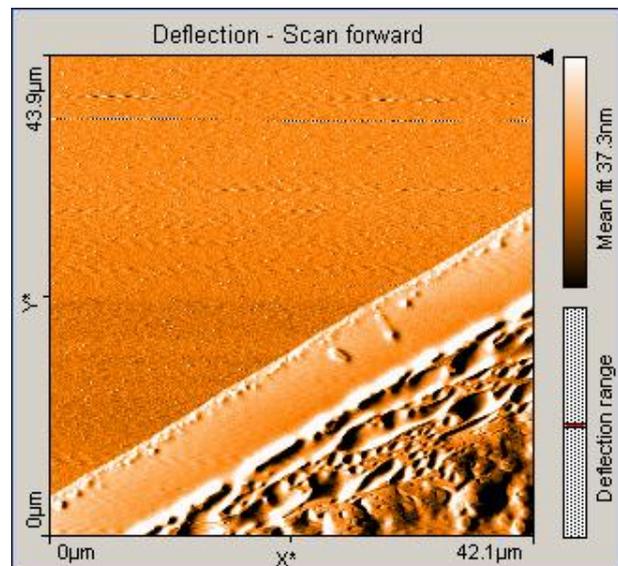


Abbildung 15: PS/PMMA in Toluol mit Skalpell-Schnitt und Polymeren (Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_t=400$ ,  $\alpha_D=1000$ , Scann-Zeit 1s)

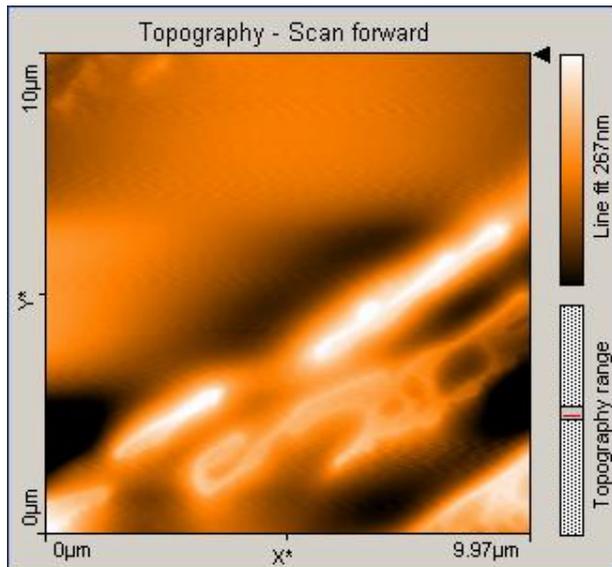


Abbildung 16: PS/PMMA in Toluol mit Skalpel-Schnitt und Polymeren Vergrößerung (Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_x=400$ ,  $\alpha_y=1000$ , Scann-Zeit 1s)

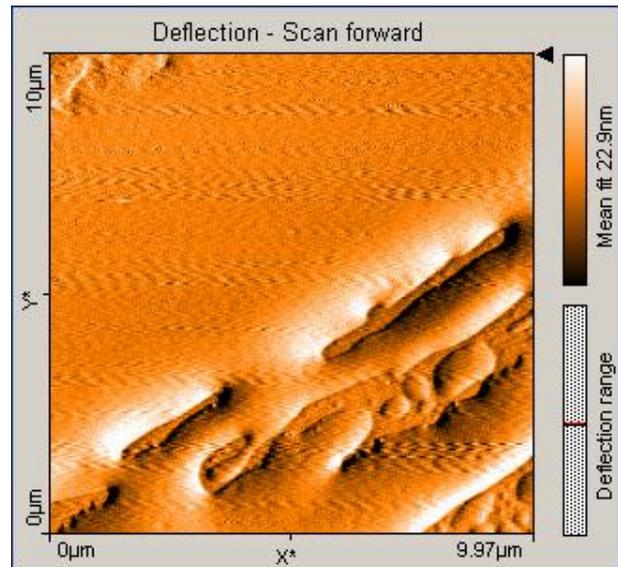


Abbildung 17: PS/PMMA in Toluol mit Skalpel-Schnitt und Polymeren Vergrößerung (Einstellungen:  $\alpha_p=10000$ ,  $\alpha_x=400$ ,  $\alpha_y=1000$ , Scann-Zeit 1s)

### 4.6. Ziploc-Tüte

Mit Hilfe des Menüpunktes Spektroskopie wurde die Verbiegung des Cantilevers als Funktion der Höhe gemessen. Abbildung 18 und 19 zeigt die Plots der Aussen- sowie der Innenseite einer Ziploc-Tüte.

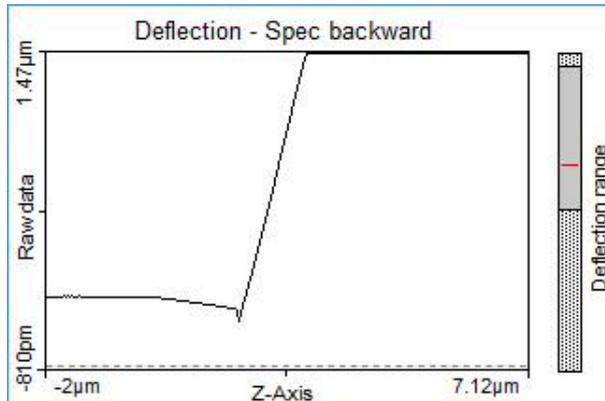


Abbildung 18: Deflection gegen die Höhe der Aussenseite einer Ziploc-Tüte.

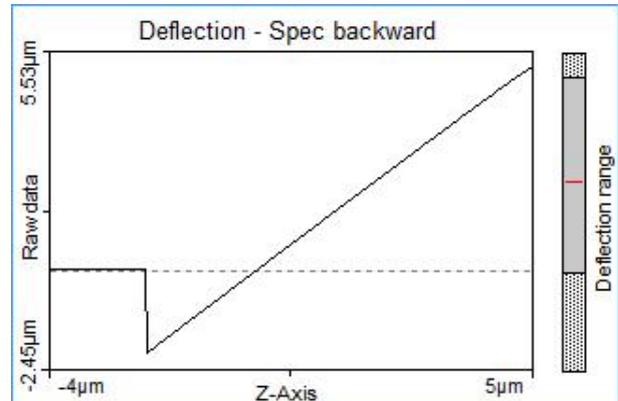


Abbildung 19: Deflection gegen die Höhe der Innenseite einer Ziploc-Tüte.

Mit Hilfe des Hook'schen Gesetzes  $F = k \cdot \Delta z$  wurde die Kraft für den snap-off-Punkt berechnet, durch Abzug der fest eingestellten Kraft von 5 nN wurde die Adhäsion Kraft berechnet. Nochmaliges Anwenden des Hook'schen Gesetzes führte zur Bestimmung der Kraftkonstanten der Ziploc-Tüte. Die erhaltenen Werte sind in der Tabelle 4 aufgelistet.

|                 | Aussenseite | Innenseite |
|-----------------|-------------|------------|
| Steigung        | 1.01        | 1.03       |
| Snap-off [nm]   | 115.4       | 212.9      |
| $F_{Snap}$ [nN] | 23.1        | 425.7      |
| $F_A$ [nN]      | 13.1        | 420.7      |
| $k$ [N/m]       | 0.16        | 1.98       |

Tabelle 4: Berechnete Werte aus den Abbildungen 18 und 19

## 4.7. Piezo-Element

Die erste Messung mit dem Piezo Element war suboptimal. Danach wurden die Oberflächen der Probenhalterung sowie des Piezo Elementes aneinander gerieben, um den elektrischen Kontakt zu erhöhen, was zu einer Verbesserung des Signals führte.

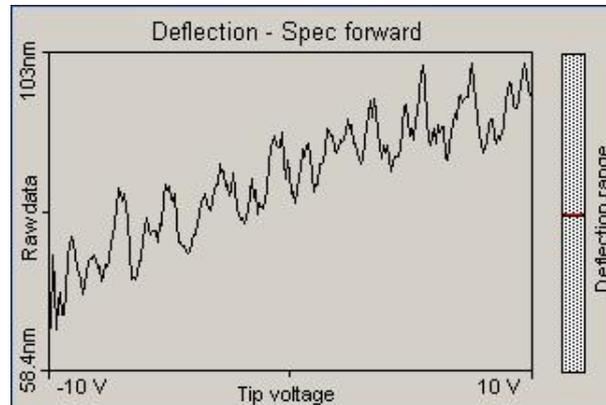


Abbildung 20: Höhe z gegen die Cantilever Voltage

Die lineare Regression ergab den folgenden Wert:

$$y = 1.316 \cdot 10^{-9} \cdot x + 8.552 \cdot 10^{-8}$$

Der lineare Ausdehnungskoeffizient des Piezo-Elementes beträgt somit  $1.3 \cdot 10^{-9} \text{ m/V}$ .

## 5. Diskussion

Der Versuch bereitete keine grösseren Schwierigkeiten. Bei den Gold-Nano-Partikeln kam es beim Messen zu Artefakten, weil einzelne Partikel zu wenig immobilisiert wurden und somit immer eine gewisse Strecke von Cantilever mitgezogen wurden. Da die Höhe der Partikel etwas kleiner war als angegeben, kann mit der zusätzlichen Schicht 3-Aminopropyltrimethoxysilan erklärt werden. Diese wurde aufgebracht um die Gold-Kolloide besser haften zu lassen, die Gold-Nano-Partikel sind dabei etwas in die klebrige Masse eingesunken. Die PS/PMMA Lösung in 2-Butanon konnte nicht analysiert werden, da entweder der Cantilever keinen Kontakt mit der Oberfläche hatte oder keine Polymere auf der Oberfläche waren. Die Analyse der PS/PMMA Lösung in Toluol wurde mit der Probe des Assistenten durchgeführt, da auch bei der selbst hergestellten Probe die Polymere nicht sichtbar waren. Die Federkonstanten für die Innenseite der Ziploc-Tüte ist mehr als ein Faktor Zehn grösser als die der Aussenseite, wir gehen deshalb davon aus, dass der Cantilever leicht an der Packung kleben geblieben ist und deshalb diese grosse Federkonstante verursachte. Der Versuch mit dem Piezo-Element musste mehrmals wiederholt werden bis das Piezo-Element genügend Kontakt mit dem Probenhalter hatte. Dank der gut zu bedienenden Software konnten die Daten im Vergleich zu anderen Versuchen einfach und schnell exportiert werden.

## **6. Anhang**

### **6.1. Literaturverzeichnis**

[1] Petersen, L., Atomic Force Microscopy, Anleitung Praktikum Spektroskopie, 2007.

[2] [www.inventory-loc.ethz.ch](http://www.inventory-loc.ethz.ch), 10.12.2007.

### **6.2. Laborjournal**

Siehe Anhang