Oliver Dannberg* und Thomas Fröhlich

Steifigkeitsmessungen von AFM-Cantilevern

Stiffness calibration of AFM cantilevers

DOI 10.1515/teme-2021-0046

Zusammenfassung: Zur rückführbaren Kraftmessung mit AFM-Cantilevern ist aufgrund von Fertigungstoleranzen eine individuelle Kalibrierung jedes einzelnen Cantilevers notwendig. An der TU-Ilmenau wurde ein Prüfstand entwickelt, welcher die Steifigkeit nach einem statisch experimentellen Verfahren bestimmt. Dabei wird der Cantilever um einen definierten Weg ausgelenkt und die dazu notwendige Kraft gemessen. Die Wegmessung erfolgt durch ein kommerzielles Differenzinterferometer und die Kraftmessung mithilfe einer neu entwickelten Wägezelle. In diesem Artikel wird die Funktion des Prüfstandes am Beispiel einer Kalibrierung beschrieben und ein Messunsicherheitsbudget aufgestellt. Die relative Messunsicherheit beträgt ca. 1,5 % bei einer maximalen Kalibrierkraft von <100 nN. Eine anschließende Untersuchung des Cantilevers ergab keine nachweisbaren Schäden an dessen Spitze.

Schlüsselwörter: Cantilever, AFM, Steifigkeit, Wägezelle, Nanonewton

Abstract: A traceable force measurement with an AFM-cantilever requires an individual calibration. At the TU-Ilmenau, a calibration device has been designed that measures the static force-deflection-curve of a cantilever to determine its stiffness. The force is measured with a novel load cell while an interferometer measures the deflection. This paper describes the calibration of a soft cantilever to explain the typical workflow. The measurement has been performed with a maximum force of <100 nN and achieved an uncertainty of 1,5 %. An investigation of the calibrated cantilever revealed that the tip has not been damaged during this procedure.

Keywords: Cantilever, AFM, stiffness, load cell, Nanonewton

1 Einleitung

Das AFM (Atomic Force Microscope) ist in vielen wissenschaftlichen Bereichen ein essenzieller Bestandteil und trägt dabei maßgeblich zur Weiterentwicklung von Nanotechnologien bei. Das Herzstück eines AFMs ist der Cantilever, ein mikroskopisch kleiner Biegebalken, an dessen Ende sich eine Spitze befindet. Sobald eine Kraft auf die Spitze eingeleitet wird, biegt sich der Cantilever proportional dazu durch. Das AFM misst diese Durchbiegung und somit indirekt die wirkende Kraft auf den Cantilever. Dieses Prinzip wird häufig genutzt um Oberflächen abzurastern und deren Topologie zu bestimmen [1]. Die laterale Auflösung hängt hauptsächlich vom Radius der Spitze ab und ist, anders als bei optischen Verfahren, nicht durch Beugung begrenzt. Bei der sogenannten Kraftspektroskopie wird der Cantilever genutzt um gezielt Kräfte in biologische Proben oder Moleküle einzuleiten [8]. Das Ziel solcher Untersuchungen ist es herauszufinden, bei welcher Kraft die Proben zerstört werden, um so Rückschlüsse auf deren Aufbau zu ziehen.

Anders als beim Scannen von Oberflächen ist bei der Kraftspektroskopie die wirkende Kraft von Interesse. Demzufolge muss die Cantileversteifigkeit bekannt sein, um von der gemessenen Durchbiegung auf die Kraft zu schließen. Die Cantileversteifigkeit hängt von der Geometrie und dem Material des Cantilevers ab. Aufgrund der geringen Größe der Cantilever haben Fertigungstoleranzen im Bereich von wenigen Nanometern bereits einen messbaren Einfluss auf die Steifigkeit. Um dennoch eine rückführbare Kraftmessung durchzuführen, muss jeder Cantilever einzeln kalibriert werden.

Die geringsten Unsicherheiten werden durch eine statisch experimentelle Kalibrierung erzielt [2]. Dabei wird der Cantilever um einen definierten Weg ausgelenkt und die dazu notwendige Kraft gemessen. Wird die Kraft bei verschiedenen Auslenkungen ermittelt, so lässt sich eine Kraft-Weg-Kennlinie bestimmen, deren Anstieg der Cantileversteifigkeit entspricht. In Abbildung 1 ist das Verfahren für 2 verschiedenen Durchbiegungen sowie die resultierende Kennlinie dargestellt.

An der TU-Ilmenau wurde ein Prüfstand entwickelt welcher nach diesem Prinzip arbeitet [3]. Die Wegmessung

*Korrespondenzautor: Oliver Dannberg, Thomas Fröhlich, Institut für Prozessmess- und Sensortechnik, Technische Universität Ilmenau, Gustav-Kirchhoff-Platz 2, 98693 Ilmenau, E-Mail: oliver.dannberg@tu-ilmenau.de

Abb. 1: Messaufbau zur Kalibrierung eines Cantilevers in 2 verschiedenen Positionen (oben). Der Anstieg der Kraft-Weg-Kennlinie (unten) entspricht der Cantileversteifigkeit.

erfolgt durch ein kommerzielles Differenzinterferometer und die Kraftmessung mithilfe einer neu entwickelten Wägezelle. Eine detaillierte Beschreibung des Aufbaus und insbesondere der neu entwickelten Wägezelle findet sich in [4]. In diesem Artikel wird die Funktion des Prüfstandes beispielhaft an einem Cantilever gezeigt und die auftretenden Messunsicherheiten diskutiert.

2 Cantileverkalibrierung

Im Folgenden wird die Funktion des Prüfstandes anhand der Kalibrierung eines Cantilevers demonstriert. Es handelt sich dabei um einen vergleichsweise weichen Cantilever mit einer Steifigkeit von ca. 30 mN m^{-1} (Herstellerangabe). Das stellt für die statisch experimentelle Kalibrieremethode eine Herausforderung dar, da bereits kleine Kalibrierkräfte zu einer starken Durchbiegung führen. Zudem besteht die Spitze aus Silizium und weist einen Radius von maximal 30 nm auf. In [9] wurde gezeigt, dass bereits eine Kraft von $5 \text{ }\mu\text{N}$ zu einem nachweisbaren Verschleiß einer Siliziumspitze führt.

2.1 Vorbereitung

In Abbildung 2 sieht man wie der Cantilever am Halter des Prüfstandes befestigt wird. Dabei ist wichtig, dass

Abb. 2: Der Cantilever wird aus der Transportbox (links) entnommen und in den Halter (rechts) geklemmt.

eine steife Verbindung zum Halter besteht um das Ergebnis der Messung nicht zu beeinflussen. Mithilfe von drei Führungen wird der Cantilever in x , y und z -Richtung verfahren und in geringem Abstand mittig über dem kegelförmigen Taster positioniert. Eine Kamera ermöglicht dabei die Beobachtung aus der Drauf- und Seitenansicht (Abbildung 3). In der Draufsicht erfolgt die Beobachtung im Auflicht, sodass die abgeflachte Spitze des Tasters erkennbar ist. Zudem sieht man, dass sich an dem Trägerchip 4 separate Cantilever befinden, je zwei lange und kurze. Im Folgenden wird die Kalibrierung eines kurzen Cantilevers exemplarisch vorgestellt.

Abb. 3: Der Cantilever wird mithilfe der Draufsicht (links) und Seitenansicht (rechts) zum Taster der Wägezelle (Pfeil) ausgerichtet.

2.2 Messung

Während der Kalibrierung wird der Cantilever ausschließlich in z -Richtung bewegt. Dazu wird ein Piezoaktor verwendet, welcher eine feinere Positionierung ermöglicht als die verwendete Linearführung und zudem kein Umkehrspiel aufweist. Zur rückführbaren Wegmessung wird die Position des Cantilevers durch ein Differenzinterferometer erfasst.

Die Cantileverkraft wird durch eine neu entwickelte Wägezelle erfasst, welche auf das Messen von kleinen Kräften optimiert wurde. Sie arbeitet nach dem Prinzip der elektromagnetischen Kraftkompensation, bei dem die zu messende Kraft durch einen Tauchspulenantrieb kompensiert wird [6]. Ein Nachteil solcher Wägezellen ist, dass sie nach jeder Laständerung eine kurze Einschwingzeit benötigen. Daher ist eine kontinuierliche Bewegung des Cantilevers nicht praktikabel. Stattdessen wird dieser in diskreten Schritten verfahren auf denen er für einige Sekunden verharret. Eine größere Anzahl an Schritten verringert die Unsicherheit bei der anschließenden Bestimmung der Regressionsgeraden. Allerdings erhöht sich dadurch auch die Dauer pro Lastzyklus und damit der Einfluss von möglichen Temperaturdriften. Die gewählte Anzahl an Schritten pro Lastzyklus stellt einen Kompromiss zwischen diesen Effekten dar und erzielt insgesamt die geringsten Messunsicherheiten.

2.3 Auswertung

Abb. 4: Spulenstrom während der Cantileverkalibrierung für einen Lastzyklus. Die türkis markierten Messwerte einer Laststufe wurden jeweils gemittelt.

In Abbildung 4 sind die Rohdaten des Kompensationsstroms dargestellt aus denen sich die Kraft ermitteln lässt. Aus den türkis markierten Messwerten einer Laststufe wurde jeweils der Mittelwert gebildet und eine Kraft berechnet. Die Messwerte des Interferometers wurden auf die gleiche Weise verarbeitet, sodass sich die in Abbildung 5 gezeigte Kraft-Weg-Kennlinie ermitteln lässt. Es empfiehlt sich die Kalibrierung mit einem geringen Abstand zwischen Cantilever und Taster zu starten um sicherzustellen, dass sich die Spitze nach jedem Lastzyklus von der Oberfläche des Tasters löst. Denn wenn es durch

Abb. 5: Kraft-Weg-Kennlinie des Cantilevers während eines Lastzyklus sowie die Residuen im Kontaktbereich.

eine thermische Drift zu einer lateralen Verschiebung des Cantilevers kommt, wird dessen Spitze tordiert und das Messergebnis verfälscht. Ab dem 3. Lastschritt sind Cantilever und Taster in Kontakt miteinander, sodass es zu einem linearen Anstieg der Kraft kommt. Während des Be- und Entlastens wirken annähernd gleiche Kräfte mit Ausnahme vom 2. Lastschritt. Dort kommt es durch Adhäsionskräfte zwischen Spitze und Taster zu einer negativen Kraft beim Entlasten.

Im linearen Bereich der Be- und Entlastungskennlinie wurde jeweils eine Regressionsgerade ermittelt, deren Anstieg der Cantileversteifigkeit c_{canti} entspricht. In Abbildung 5 sind die Residuen, also die Differenz zwischen den Messwerten und der Regressionsgerade dargestellt. Sie liegen im Bereich von ca. 1 nN und sind auf die Messunsicherheit der Kraftmessung zurückzuführen. Der gezeigte Lastzyklus wurde über einen Zeitraum von 20 h wiederholt und aus der Be- und Entlastungskennlinie jeweils die Steifigkeit des Cantilevers ermittelt. Während der gesamten Zeit betrug die Kraft auf den Cantilever weniger als 100 nN. An den Ergebnissen in Abbildung 6 ist zu sehen, dass die Steifigkeiten zwar ein zufälliges Rauschen, jedoch keine systematische Abweichung zwischen Be- und Entlasten aufweisen.

2.4 Spitzenverschleiß

Das Messen der Steifigkeit ermöglicht eine rückführbare Kraftmessung mit dem Cantilever. Voraussetzung dafür ist, dass die Spitze des Cantilevers während der Kalibrierung nicht beschädigt wird. Um das zu überprüfen, wurde der Cantilever nach der Kalibrierung mit einem Rasterelektronenmikroskop untersucht. Abbildung 7 zeigt die Spitze

Abb. 6: Messergebnisse einer Langzeitmessung der Cantileversteifigkeit.

Abb. 7: Abbildungen a), b) und c) zeigen die REM-Aufnahme der Cantileverspitze nach der Kalibrierung und d) eine schematische Darstellung der Cantilevergeometrie.

in verschiedenen Vergrößerungen, sowie eine schematische Darstellung des Cantilevers zur Orientierung. Der Kreis in c) dient als Größenreferenz und entspricht der Herstellerangabe für den Spitzenradius. Die Spitze unterschreitet den notwendigen Radius und weist keine Bruchkanten auf. Es ist daher anzunehmen, dass durch die Kalibrierung kein Schaden an der Spitze entstanden ist. Alternativ kann der Cantilever auch nach der Nutzung im AFM kalibriert werden, sodass ein Spitzenverschleiß während der anschließenden Kalibrierung keine Konsequenzen hat. Allerdings kommt es besonders bei der Kraftspektroskopie zur Kontamination der Cantilever mit biologischen und chemischen Proben, welche vor der späteren Kalibrierung aufwändig entfernt werden müssten.

3 Messunsicherheiten

Der hier vorgestellte Prüfstand bestimmt durch gleichzeitiges Messen von Kraft und Weg die Cantileversteifigkeit. Das Verhältnis dieser Größen hängt von der Steifigkeit des zu messenden Cantilevers ab. Demzufolge ändern sich auch die relativen Unsicherheitsbeiträge dieser Größen. Im Folgenden wird das Messunsicherheitsbudget für die zuvor beschriebene Messreihe vorgestellt und diskutiert.

Die gemessene Steifigkeit des Cantilevers ergibt sich aus folgender Modellgleichung

$$c_{\text{canti}} = \frac{Bl_{1\text{WZ}} \cdot i_{\text{coil}} \cdot f_{\alpha} \cdot f_{\beta} \cdot f_{\Delta} + s_{\text{bal}} \cdot c_{\text{joint}} + \delta F}{(s_{\text{inf}} + \Delta s_{\text{inf}}) f_{\gamma}}.$$

Der Faktor $Bl_{1\text{WZ}}$ gibt die Kraftkonstante der Wägezelle an und i_{coil} den fließenden Kompensationsstrom. Die Größen f_{α} , f_{β} , f_{γ} und f_{Δ} berücksichtigen Abweichungen in der Ausrichtung des Prüfstandes. Beispielsweise ist γ der Winkel zwischen der Bewegungsrichtung des Cantilevers und der Messachse des Interferometers. Der Term $s_{\text{bal}} \cdot c_{\text{joint}}$ gibt die mechanische Steifigkeit der Wägezelle sowie die Auflösung des Nullpunktindikators an. Diese Werte hängen maßgeblich vom Design der Wägezelle ab und werden in [4] näher erläutert. Bei δF handelt es sich um den Standardfehler beim ermitteln der Regressionsgerade. Die Größe Δs_{inf} berücksichtigt die Nichtlinearitäten des Interferometers. In Tabelle 1 sind die Einflussgrößen und deren relativer Unsicherheitsbeitrag zur Cantileversteifigkeit aufgelistet. Die Kalibrierung des Cantilevers

Tab. 1: Messunsicherheitsbudget für die Kalibrierung eines weichen Cantilevers mit geringer Kraft.

Messgröße	Erwartungswert	Unsicherheit	rel. Unsicherheit
F_{canti}	59,58 nN	0,45 nN	$7,5 \times 10^{-3}$
$Bl_{1\text{WZ}}$	25,905 mN A ⁻¹	39,3 μ N A ⁻¹	$1,5 \times 10^{-3}$
$i_{1\text{WZ}}$	2,300 μ A	4,06 nA	$1,8 \times 10^{-3}$
δF	0 nN	0,42 nN	$7,0 \times 10^{-3}$
s_{bal}	0 nm	78,8 pm	$1,1 \times 10^{-3}$
α	0°	$2^{\circ} \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$2,3 \times 10^{-4}$
β	0°	$0,5^{\circ} \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$8,8 \times 10^{-4}$
Δr_{canti}	0 μ m	$3,3 \mu\text{m} \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$1,9 \times 10^{-5}$
s_{canti}	3,052 μ m	3,00 nm	$9,8 \times 10^{-4}$
s_{inf}	3,052 μ m	6,7 pm	$2,2 \times 10^{-6}$
Δs_{inf}	0 nm	3,00 nm	$9,8 \times 10^{-4}$
γ	0°	$30' \cdot \frac{1}{\sqrt{3}}$	$7,3 \times 10^{-6}$
δc_{canti}	0 mN m ⁻¹	16,1 μ N m ⁻¹	$8,2 \times 10^{-4}$
c_{canti}	19,52 mN m ⁻¹	0,15 mN m ⁻¹	$7,6 \times 10^{-3}$

ergab eine Steifigkeit von $19,52(30) \text{ mN m}^{-1}$ ($k = 2$). Das entspricht einer relativen Messunsicherheit von 1,5 % und liegt damit in der Größenordnung ähnlicher Aufbauten [5, 7]. Den größten Einfluss auf die kombinierte Messunsicherheit haben die Regressionsabweichungen, welche auf die limitierte Kraftauflösung der Wägezelle zurückzuführen sind. Außerdem liefert auch das Messen der Kompensationsströme einen nicht unerheblichen Beitrag. Da diese Einflüsse nicht mit skalieren, sinkt deren Einfluss bei zunehmender Kalibrierkraft. Im Allgemeinen ist festzustellen, dass die Positionsmessung selbst bei steifen Cantilevern nur einen geringe Unsicherheit aufweist.

4 Zusammenfassung

An der TU-Ilmenau wurde ein Aufbau entwickelt, welcher die Kraft-Weg-Kennlinie von AFM-Cantilevern messen kann und daraus deren Steifigkeit bestimmt. Die dafür entwickelte Wägezelle weist eine hohe Kraftauflösung auf und ermöglicht eine Kalibrierung mit geringen Kräften. Das gewährleistet einerseits, dass die Messung im linearen Bereich des Cantilevers erfolgt und andererseits, dass die Spitze nicht beschädigt wird. Dieser Artikel beschreibt die Kalibrierung eines sehr weichen Cantilevers und die dafür notwendige Verarbeitung der Messwerte. Trotz der kleinen Kalibrierkraft liegen die erzielten Messunsicherheiten auf dem Niveau von vergleichbaren Messungen. Eine Untersuchung der Cantileverspitze ergab keine messbare Beschädigung.

In zukünftigen Arbeiten soll die Regelung der Wägezelle optimiert werden, um die Einschwingzeit und das Positionsrauschen zu verringern. Zudem wird der Kompensationsstrom über den Spannungsabfall an Referenzwiderständen erfolgen um so den Unsicherheitsbeitrag der Strommessung zu reduzieren. Des Weiteren wird die Verwendung eines elektrostatischen Aktors erprobt um, als Alternative zum Tauchspulenantrieb, die Kompensationskraft zu erzeugen. So kann unter anderem eine Erwärmung durch die Verlustleistung des Aktors vermieden werden.

Danksagung: Die Autoren bedanken sich für die Unterstützung durch die deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) im Rahmen des Graduiertenkollegs GRK 2182 der technischen Universität Ilmenau.

Literatur

- [1] G. Binnig, C. F. Quate und C. Gerber. Atomic force microscope. *Physical review letters*, 56(9):930, 1986.
- [2] C. A. Clifford und M. P. Seah. The determination of atomic force microscope cantilever spring constants via dimensional methods for nanomechanical analysis. *Nanotechnology*, 16(9):1666, 2005.
- [3] O. Dannberg. *Entwicklung eines Prüfstandes zur rückführbaren Kalibrierung von Cantilevern*. PhD thesis, Technische Universität Ilmenau, 2020.
- [4] O. Dannberg, M. Kühnel und T. Fröhlich. Entwicklung einer cantileverkalibriereinrichtung. *tm-Technisches Messen*, 87(10):622–629, 2020.
- [5] L. Doering, E. Peiner, M. Balke und U. Brand. Calibration of low-force stylus probes. In *Proceedings of XVIII IMEKO World Congress, Rio de Janeiro, Brasil*, 2006.
- [6] S. Gupta. *Mass metrology*, Band 155. Springer Science & Business Media, 2012.
- [7] M.-S. Kim, J.-H. Choi, Y.-K. Park und J.-H. Kim. Atomic force microscope cantilever calibration device for quantified force metrology at micro-or nano-scale regime: the nano force calibrator (nfc). *Metrologia*, 43(5):389, 2006.
- [8] T.-H. Nguyen. Single-molecule force spectroscopy applied to heparin-induced thrombocytopenia. *Journal of Molecular Recognition*, 30(3):e2585, 2017.
- [9] Y. Song, S. Wu, L. Xu und X. Fu. Accurate calibration and uncertainty estimation of the normal spring constant of various afm cantilevers. *Sensors*, 15(3):5865–5883, 2015.