

(12)

PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 2140/93

(51) Int.Cl.⁶ : **H01J 37/252**

(22) Anmeldetag: 22.10.1993

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 4.1997

(45) Ausgabetag: 29.12.1997

(73) Patentinhaber:

FRIEDBACHER GERNOT DR.
A-2821 LANZENKIRCHEN, NIEDERÖSTERREICH (AT).
PROHASKA THOMAS DIPL.ING.
A-1050 WIEN (AT).

(54) PROBENTRÄGER FÜR RASTERKRAFTMIKROSKOPIEMESSUNGEN UNTER FLÜSSIGKEITEN

(57) Bei der Erfindung handelt es sich um einen Probenträger für Rasterkraftmikroskopiemessungen unter Flüssigkeiten, der sich dadurch auszeichnet, daß zur Befestigung der Probe kein Klebstoff und zur Abdichtung der Flüssigkeitszelle keine Kunststoffdichtung erforderlich sind, wodurch der Anwendungsbereich solcher Messungen bedeutend erweitert werden kann, weil das Quellen von Dichtringen, welches in vielen Flüssigkeiten auftritt, und die Verunreinigung der Flüssigkeit durch Klebstoff- beziehungsweise Dichtungskomponenten vermieden wird. Die Lösung dieser Probleme wird dadurch erreicht, daß die Probe mit einer Schraube in einem Zylinder - vorzugsweise aus Aluminium - fixiert wird, und die Flüssigkeitszelle durch einen paßgenauen, konzentrisch auf den Zylinder aufgesteckten Ring - ebenfalls vorzugsweise aus Aluminium -, der mittels Federn an die Plexiglasabdeckung gedrückt wird, abgedichtet wird.

Die Funktionsweise dieses Probenträgers im Einsatz geht am besten aus Figur 3 hervor.

AT 403 225 B

Die Erfindung betrifft Verbesserungen bei der Oberflächenanalyse mit dem Rasterkraftmikroskop (engl. Atomic Force Microscope).

Zur Zeit sind mehrere Rasterkraftmikroskope kommerziell erhältlich. Aufbau, Funktion und Anwendungsmöglichkeiten des AFM (üblicherweise verwendete Abkürzung für Atomic Force Microscope) sind in der Fachliteratur beschrieben. Hier sei lediglich darauf hingewiesen, daß diese Geräte auch Oberflächenuntersuchungen unter Flüssigkeiten erlauben. Figur 1 zeigt eine schematische Darstellung einer entsprechenden kommerziellen Flüssigkeitszelle, wie sie im NanoScope III® AFM des Herstellers Digital Instruments (Santa Barbara, CA, USA) realisiert ist. Wie in der Figur zu sehen ist, wird die Zelle von der Probenoberfläche (1), der Plexiglashalterung (2) für die Meßspitze und einem O-Ring aus Kunststoff (3) gebildet. Die Zelle kann über zwei Kanäle (4) in der Plexiglashalterung befüllt werden.

Weitere in Figur 1 benannte Komponenten seien hier nur der Vollständigkeit halber benannt: Piezoscanner auf dem die Probe mittels Stahlplättchen magnetisch fixiert ist (5), AFM Meßspitze (6) und Laserstrahl (7). Auf eine nähere Beschreibung wird aber verzichtet, weil es sich um literaturbekannte Dinge handelt, welche zum Verständnis der Erfindung nicht unmittelbar notwendig sind.

Eine Zelle dieser Art stellt einige wichtige Limitierungen für eine Reihe wissenschaftlich und technologisch interessanter Untersuchungen dar. Die mit der Erfindung in Zusammenhang stehende Problematik und deren Lösung ist im nächsten Punkt ausführlicher beschrieben.

Die oben beschriebene Flüssigkeitszelle weist folgende Nachteile auf:

a) Durch Einwirkung einer Reihe organischer Flüssigkeiten (z.B. Cyclohexan, Toluol und viele andere) quillt der O-Dichtring so stark an, daß Probenoberfläche und Plexiglasabdeckung (Halterung für die Abtastspitze) auseinander gedrückt werden. Dadurch werden Justieren der Spitze und stabile Messungen unmöglich (Abtastspitze wird von der Probenoberfläche weggedrückt).

b) Durch Einwirkung des organischen, flüssigen Mediums auf den Dichtring kann auch ein Herauslösen von Weichmachern und etwaigen anderen Komponenten nicht ausgeschlossen werden. Dadurch ist nicht mehr sichergestellt, daß das flüssige Zellmedium während der Messung in seiner ursprünglichen Reinheit vorliegt.

c) Die Dichtigkeit der Zelle ist nur für relativ großflächige, ebene Proben optimal, wenn die untere Auflagefläche des Dichtringes und der analysierte Probenbereich in der selben Ebene liegen (wie in Figur 1 zu sehen). Liegt diese Auflagefläche tiefer als der analysierte Probenbereich - was dann der Fall ist, wenn ein kleines (d.h. kleiner als der Aufgledurchmesser des Dichtringes) Probenstück in der Mitte eines Trägerplättchens aufgeklebt wird -, dann muß die Plexiglashalterung mit der Meßspitze höher gestellt werden, und der O-Ring dichtet die Zelle aufgrund des größeren Abstandes zwischen den beiden Kontaktflächen nicht mehr ab.

d) Beim Aufkleben kleiner Proben auf ein Trägerplättchen kommt zu Punkt c) noch als weiteres Problem, daß die Flüssigkeit in der Zelle direkt mit dem Kleber in Kontakt kommt, was ebenfalls wieder eine Quelle für Verunreinigungen (ähnlich wie in Punkt b) beschrieben) darstellt.

Die unten beschriebene Erfindung stellt eine Lösung dieser Probleme dar. Die Erfindung wird anhand des in den Zeichnungen dargestellten Ausführungsbeispiels beschrieben. Es zeigt

Figur 1: Übliche kommerzielle Anordnung (Seitenansicht/Schnitt), welche den Stand der Technik beschreibt,

Figur 2 a: Eigener Probenträger in Aufsicht,

Figur 2 b: Eigener Probenträger (Schnitt A, in Fig. 2a bezeichnet),

Figur 2 c: Eigener Probenträger (Schnitt B, in Fig. 2a bezeichnet),

Figur 3: Eigener Probenträger in der Meßanordnung (Seitenansicht/Schnitt).

Die oben beschriebenen Probleme können mit einem Probenträger, wie er in Figur 2 a bis c dargestellt ist, gelöst werden:

Der Probenträger besteht aus einem metallischen Zylinder (2), zentrisch auf einem kreisrunden, magnetischen Stahlplättchen (5) aufgeklebt, mit einer eingefrästen Vertiefung, in welcher die Probe mittels Schraube (3) von der Seite her fixiert wird. Ein paßgenauer Metallring (1), welcher auf zwei an gegenüberliegenden Punkten am Rande des Stahlplättchens (5) aufgeklebten Federn (4) aufliegt, ist konzentrisch über den Zylinder (2) gesteckt. Dieser Metallring (1) wird durch die Federn (4) so nach oben gedrückt, daß die plane Oberseite des Ringes mit der Unterseite der Plexiglasabdeckung (siehe Figur 3) abdichtet, ohne daß eine weitere Kunststoffdichtung erforderlich ist. Aufgrund der Paßgenauigkeit von Zylinder (2) und Metallring (1) ist auch die Berührungsfläche zwischen diesen beiden Teilen für Flüssigkeiten dicht. Als Material für die Metallteile bietet sich Aluminium an. Das Konzept läßt sich aber auch mit anderen Materialien (z.B. Teflon) realisieren. Die angegebenen Abmessungen sind Richtwerte, die auf die Größe der gesamten Meßanordnung abgestimmt werden können. Figur 3 zeigt den Probenträger in der Meßanordnung. Komponente Nr. (1) bezeichnet die Probe, welche mittels Schraube im Probenträger fixiert ist, und (5) bezeichnet den

Piezoscanner auf dem der Probenträger (mit der darauf fixierten Probe) magnetisch fixiert ist. Die restliche Nummerierung der Komponenten in dieser Figur stimmt mit jener in Figur 1 überein. In dieser Figur sind die beiden Federn im Probenträger um 90 Grad verdreht eingezeichnet um die Gesamtanordnung besser sichtbar zu machen.

5 Diese Konstruktion stellt eine Lösung sämtlicher beschriebenen Probleme dar:

Durch Abwesenheit jeglicher Kunststoffe ist sowohl das Quellproblem eliminiert, und auch das Herauslösen von Substanzen kann ausgeschlossen werden.

Der Abstand zwischen Probe und Plexiglashalterung kann über größere Distanzen variiert werden, ohne mit der Dichtigkeit Probleme zu bekommen. Außerdem kann auch noch beim Fixieren der Probe mittels
10 Schraube ein Anpassung in der Höhe vorgenommen werden.

Durch Fixieren der Probe mittels Schraube werde Verunreinigungsprobleme mit Klebern vermieden.

Als weitere vorteilhafte Eigenschaft ist zu vermerken, daß zwischen Metallring und Plexiglashalterung (siehe Figur 3) nur geringe Reibungskräfte auftreten, und somit bei Verschiebung der Meßspitze in lateraler Richtung beide Teile leicht gegeneinander gleiten können, ohne daß der Probenhalter mitgezogen wird (was
15 bei der kommerziellen Anordnung (Figur 1) bei größeren Verschiebungen der Fall ist).

Patentansprüche

1. Probenträger für Rasterkraftmikroskopiemessungen unter Flüssigkeiten, **dadurch gekennzeichnet**,
20 daß die Probe in einer Ausnehmung eines zylinderförmigen Trägers (Figur 2 (2)) mittels Schraube (Figur 2 (3)) mechanisch fixierbar ist.

2. Probenträger nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Flüssigkeitszelle durch einen
paßgenauen, auf den Zylinder (Figur 2 (2)) konzentrisch aufgesetzten Ring (Figur 2 (1)) abgedichtet ist,
25 welcher durch Federn (Figur 2 (4)) an die Plexiglashalterung (Figur 3 (2)), welche die Meßspitze hält, angedrückt ist.

Hiezu 5 Blatt Zeichnungen

30

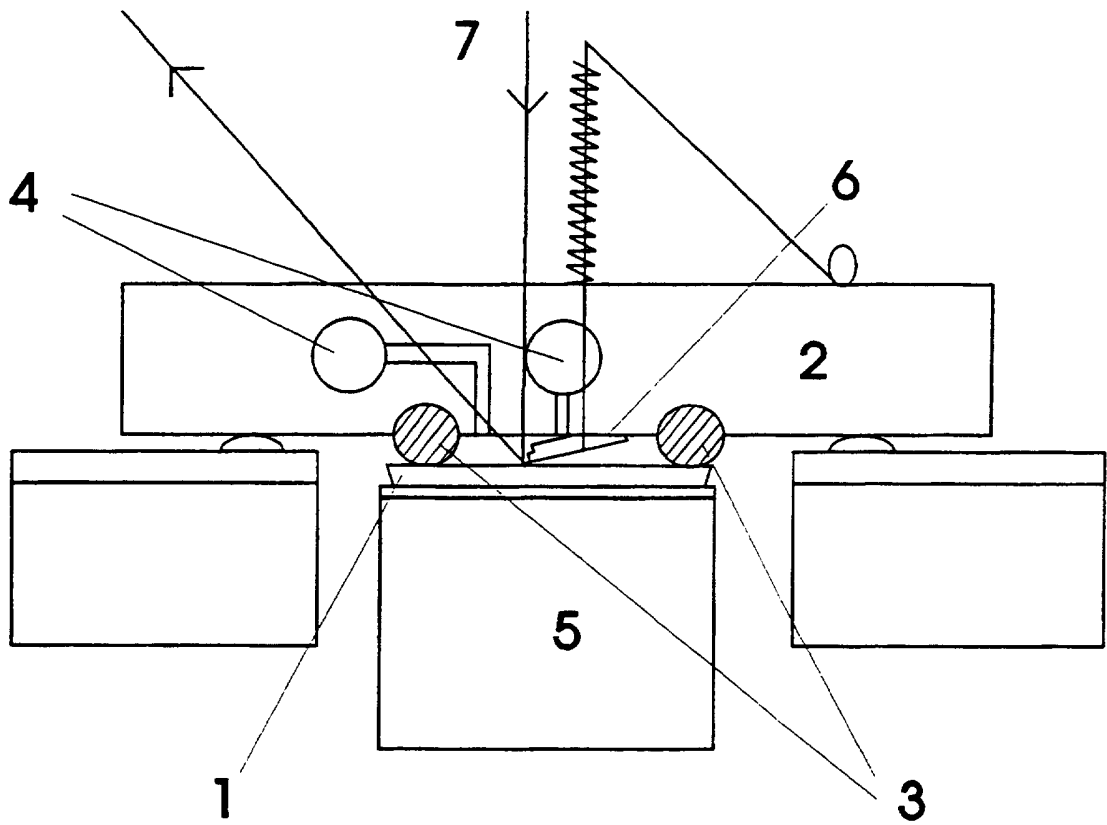
35

40

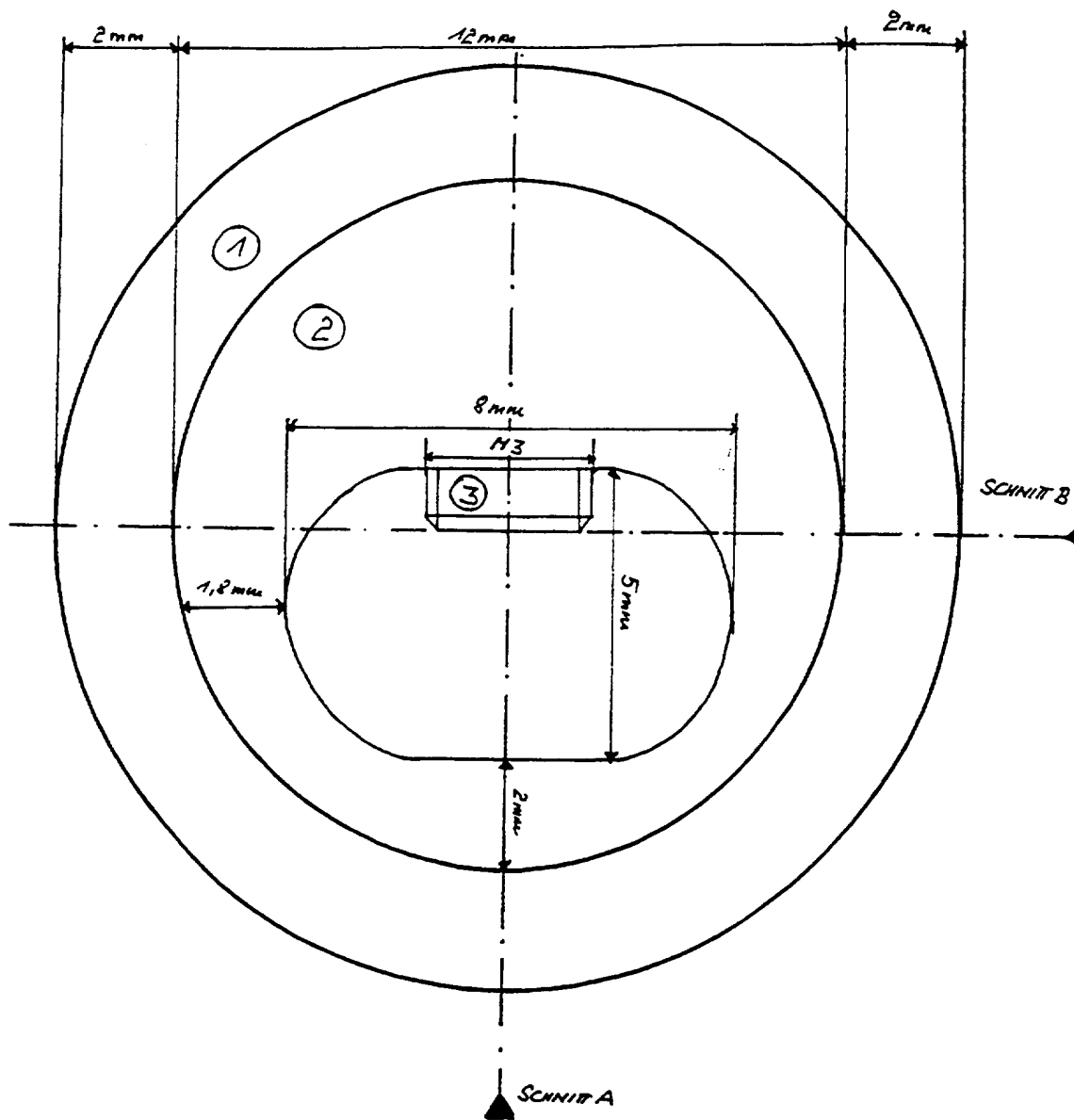
45

50

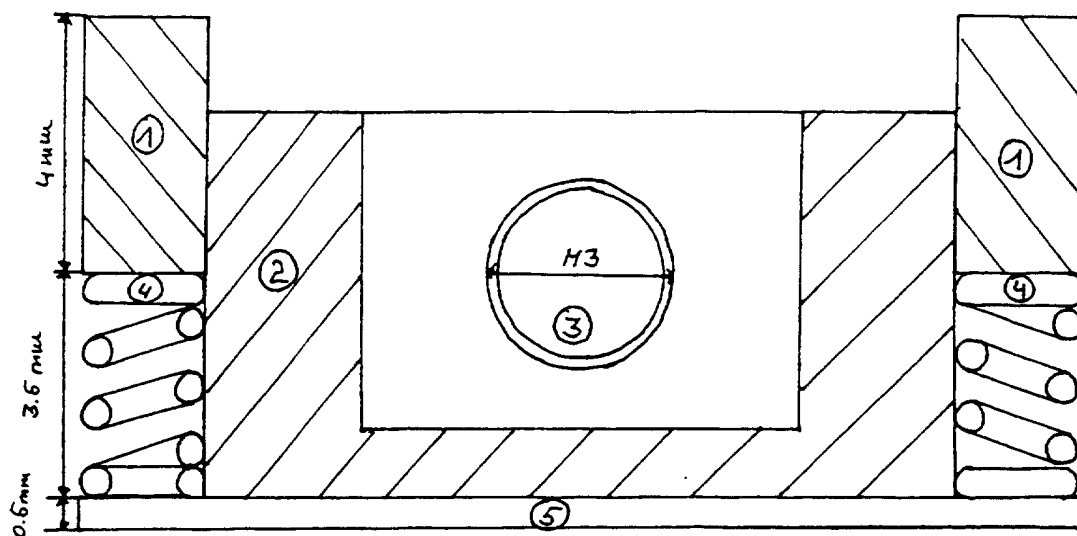
55



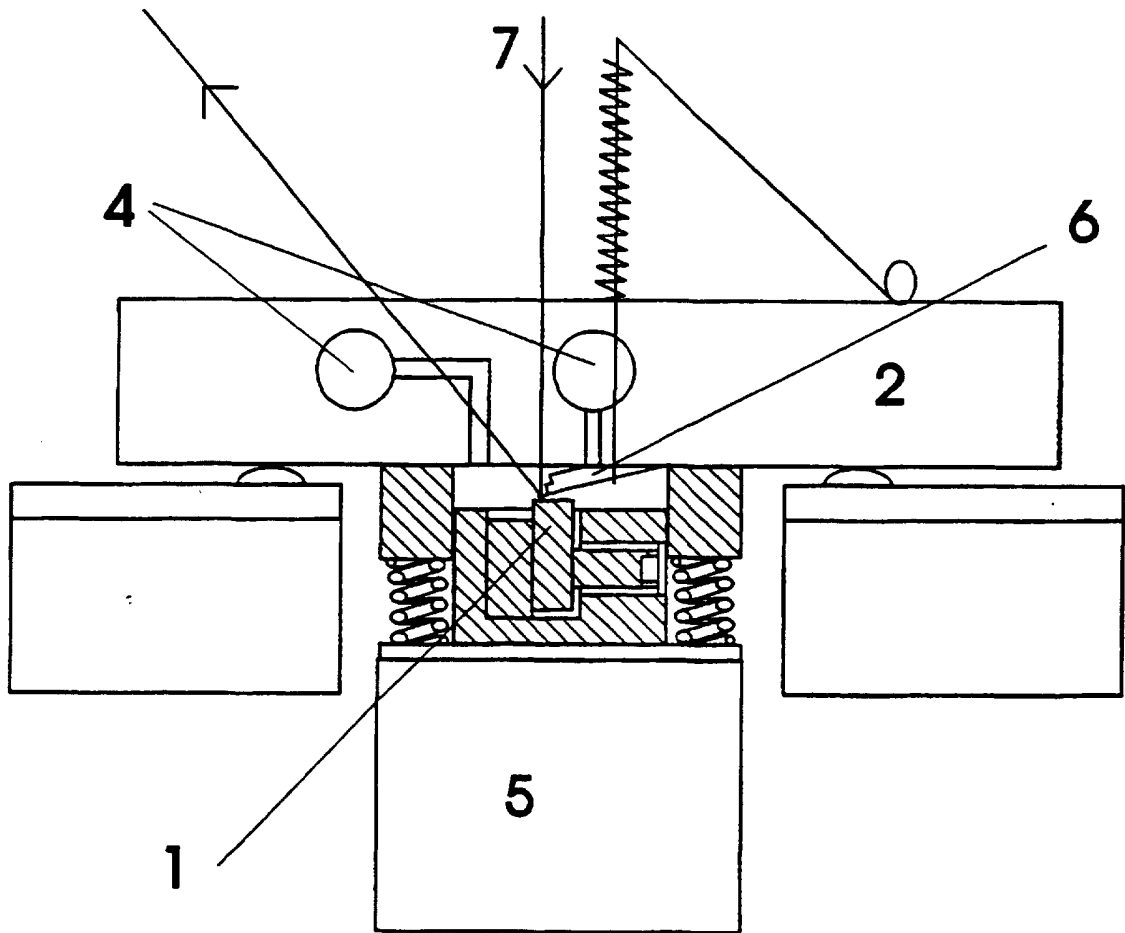
Figur 1



Figur 2 a



Figur 2 c



Figur 3