

Institut für Angewandte Physik  
Justus-Liebig-Universität Gießen  
Heinrich-Buff-Ring 16  
35392 Gießen

Inaugural-Dissertation  
zur Erlangung des Doktorgrades der Naturwissenschaften  
im Fach Physik

**Modulations-Reibungsmikroskopie in  
der Hebelarm-Biegeresonanz zur  
Charakterisierung von  
Oberflächeneigenschaften im UHV**

vorgelegt von  
Karsten Krischker aus Werdorf

23. Mai 2001

# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Kraftwechselwirkungen am Punktkontakt</b>	<b>2</b>
2.1. Kräfte an Oberflächen . . . . .	2
2.1.1. Van der Waals-Kräfte . . . . .	2
2.1.2. Adhäsionskräfte . . . . .	3
2.2. Oberflächenpotentiale und Kräfte . . . . .	4
2.2.1. Oberflächenpotentiale . . . . .	4
2.2.2. Detektion von Kräften und weiteren Größen . . . . .	5
2.3. Reibung im atomaren Bereich . . . . .	6
2.3.1. Frenkel-Kontorova-Modell . . . . .	7
2.3.2. Modell der unabhängigen Oszillatoren . . . . .	7
2.3.3. Punktkontaktreibung . . . . .	8
<b>3. Rasterkraft- und Reibungsmikroskopie</b>	<b>12</b>
3.1. Kraftmikroskopie . . . . .	12
3.1.1. <i>Contact</i> -Modus . . . . .	13
3.1.2. <i>Non-Contact</i> -Modus . . . . .	14
3.1.3. <i>Tapping</i> -Modus . . . . .	14
3.2. Verfahren zur Auslenkungsdetektion der Mikrohebelarme . . . . .	15
3.2.1. Tunnelstrom . . . . .	15
3.2.2. Kapazitiver Detektor . . . . .	16
3.2.3. Lichtzeigermethode . . . . .	16
3.2.4. Laserinterferometer . . . . .	16
3.3. Reibungsmikroskopie . . . . .	16
3.3.1. Detektion von Lateralkräften . . . . .	16
3.3.2. Allgemeine Eigenschaften von Rasterreibungsmikroskopen . . . . .	17
3.3.3. Differenz-Reibungsmikroskopie . . . . .	17
3.4. Aufbau eines UHV-Kraftmikroskops . . . . .	18
3.4.1. UHV-Mehrkammersystem . . . . .	19
3.4.2. UHV-Kraftmikroskop . . . . .	21
3.4.3. Schwingungsdämpfung . . . . .	22
3.4.4. Positionierungssysteme . . . . .	23
3.4.5. Meßkopf . . . . .	25

3.4.6.	Umgang mit dem Hebelarm . . . . .	25
3.4.7.	Kalibrierung des Scan–Piezos . . . . .	26
3.5.	Erweiterung des UHV–Kraftmikroskops zum Modulations–Reibungs- mikroskop . . . . .	27
3.5.1.	Modulations–Reibungsmikroskopie . . . . .	27
3.5.2.	Position der Glasfaser . . . . .	30
3.5.3.	Wichtige Probenmaterialien . . . . .	30
3.5.4.	Präparation und Aufbau der Proben . . . . .	32
3.6.	Statische und dynamische Eigenschaften von Mikrohebelarmen . . . . .	34
3.6.1.	Federkonstante und statische Auslenkung . . . . .	35
3.6.2.	Resonanzfrequenzen . . . . .	38
3.6.3.	Verluste und Güte bei Mikrohebelarmen . . . . .	41
<b>4.</b>	<b>Grundlegende Messungen zur Biegeresonanz</b>	<b>44</b>
4.1.	Einfluß der Modulationsamplitude . . . . .	44
4.2.	Nichtlineares Schwingverhalten . . . . .	46
4.3.	Analyse der Reibungsverluste . . . . .	47
4.3.1.	Berechnung der Reibungsverluste . . . . .	48
4.3.2.	Modell der Reibungsverluste . . . . .	51
4.3.3.	Zusammenfassung der Resultate . . . . .	52
<b>5.</b>	<b>Untersuchung der Abbildungskontrastmechanismen</b>	<b>54</b>
5.1.	Einfluß der Topographie auf den Abbildungskontrast . . . . .	54
5.2.	Reibungskontraste im Haft–Gleitbereich . . . . .	57
5.3.	Verfahren zur Entfernung von Topographieeffekten aus dem Reibungs- bild . . . . .	58
5.4.	Einfluß der Kristallorientierung . . . . .	62
5.4.1.	Anregung bei ganzzahligen Bruchteilen der Biegeresonanzfre- quenz . . . . .	64
5.4.2.	Kristallorientierungskontrast bei weiteren Proben . . . . .	67
5.4.3.	Mögliche Erweiterung der Apparatur zur Untersuchung des Kristallorientierungskontrasts . . . . .	70
5.5.	Materialkontrast . . . . .	71
<b>6.</b>	<b>Einfluß von Oberflächenverunreinigungen und Abnutzungserscheinungen</b>	<b>76</b>
6.1.	Verunreinigungen der Probe . . . . .	76
6.2.	Verunreinigungen der Tastspitze . . . . .	78
6.3.	Reinigung von Probe und Tastspitze . . . . .	83
6.4.	Abnutzung der Rasterspitze . . . . .	83
6.5.	Diskussion der Ergebnisse . . . . .	85
<b>7.</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>90</b>

<b>Anhang</b>	<b>92</b>
<b>A. Theoretische Betrachtungen</b>	<b>92</b>
A.1. Differentialgleichung für statische Hebelarmauslenkung . . . . .	92
A.2. Definition der Güte über die Breite der Resonanzkurve . . . . .	93
A.3. Simulationsmodell: Masse auf einer oszillierenden Ebene . . . . .	94
<b>B. Experimentelle Details</b>	<b>97</b>
B.1. Vergleich der Rasterbewegung mit der Modulationsbewegung der Tasts- spitze . . . . .	97
B.2. Vorschlag für reibungsspektroskopische Untersuchungen in der Rei- bungsmikroskopie . . . . .	97
<b>C. Hilfsmittel</b>	<b>100</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>101</b>

# Abbildungsverzeichnis

2.1. Konfiguration der verschiedenen Reibungsmodelle . . . . .	8
2.2. Bewegung eines Oszillators über eine atomare Oberfläche . . . . .	10
2.3. Laterale Auslenkung eines Punktkontakts im periodischen Oberflächenpotential . . . . .	11
3.1. Kraft–Abstands–Kurve des Lennard–Jones–Potentials . . . . .	13
3.2. Auslenkungsdetektion von Hebelarmen . . . . .	15
3.3. Prinzip der Differenz–Reibungsmikroskopie . . . . .	18
3.4. Draufsicht auf die einzelnen Rezipienten der UHV–Apparatur . . . . .	19
3.5. Schematischer Aufbau des UHV–Kraftmikroskops . . . . .	21
3.6. Foto ins Innere der Meßkammer . . . . .	22
3.7. Funktionsschema eines Inchworm–Motors . . . . .	23
3.8. Positioniersystem und Meßkopf . . . . .	24
3.9. REM–Aufnahme eines Hebelarms . . . . .	25
3.10. Transferteller zum Einschleusen des Hebelarms in die Vakuumkammer	26
3.11. Kalibrationsprobe . . . . .	27
3.12. Prinzip der Modulations–Reibungsmikroskopie . . . . .	28
3.13. Schematischer Aufbau des Rasterreibungs–Mikroskops . . . . .	29
3.14. Seitenansicht und Draufsicht eines HOPG–Kristalls . . . . .	31
3.15. Seitenansicht und Draufsicht eines MoS <sub>2</sub> –Kristalls . . . . .	32
3.16. Schnitt durch zwei verschiedene Probesteller . . . . .	33
3.17. Verschiedene Probesteller . . . . .	34
3.18. Hebelarm als schwingender Balken . . . . .	35
3.19. Normalen– und Biegeschwingung erster Ordnung . . . . .	38
4.1. Serie von Resonanzkurven in der Biegemode des Hebelarms . . . . .	45
4.2. Entstehung von Intermodulationsfrequenzen beim Übergang zum nichtlinearen Verhalten . . . . .	46
4.3. Resonanzkurven auf HOPG bei verschiedenen Modulationsamplituden	47
4.4. Kehrwert der Güte als Funktion der Modulationsamplitude . . . . .	48
4.5. Verlustleistung über der Modulationsamplitude . . . . .	49
4.6. Sinusförmige Modulationsamplitude der Probe . . . . .	51
4.7. Modellvorstellungen der Reibungsverluste im Vergleich mit den Meßwerten . . . . .	52

5.1. Resonanzkurven auf HOPG bei verschiedenen Probensteigungen . . .	55
5.2. Biegeresonanzfrequenz in Abhängigkeit von der Probensteigung . . .	55
5.3. Messungen auf HOPG in der Biegeresonanz . . . . .	56
5.4. Vergleich der Reibungsbilder auf HOPG im Haft- und im Haft-Gleitbereich . . . . .	57
5.5. Beispiel einer gemessenen Topographie und dem dazugehörigen Reibungsbild . . . . .	59
5.6. Simulation des Reibungscontrasts einer <i>künstlichen</i> Topographie . . .	59
5.7. Berechnung des Reibungscontrasts aus einer gemessenen Topographie	61
5.8. Körner auf HOPG im $f_{\text{res}}/3$ -Modus . . . . .	63
5.9. Unterschiedliche Modulationsfrequenzen auf HOPG . . . . .	65
5.10. Körner auf HOPG im $f_{\text{res}}/5$ -Modus . . . . .	66
5.11. Verschiedene MoS <sub>2</sub> -Schichten . . . . .	68
5.12. Schnitt durch die Kante des Contrastübergangs in der Topographie zur Abbildung 5.11. . . . .	69
5.13. Mögliche Kristalldefekte bei YSZ . . . . .	70
5.15. REM-Aufnahme einer goldbeschichteten HOPG-Probe . . . . .	71
5.14. Scheinbarer Materialcontrast zwischen Gold und HOPG . . . . .	72
5.16. Materialcontrast zwischen Gold und HOPG . . . . .	74
5.17. Resonanzkurven auf HOPG und Gold . . . . .	75
6.1. Adsorbatkumulation beim wiederholten Scannen . . . . .	77
6.2. Reinigung der Probe durch wiederholtes Abrastern . . . . .	78
6.3. Abstreifen von Verunreinigungen der Tastspitze . . . . .	79
6.4. Verunreinigung der Hebelarmspitzen . . . . .	79
6.5. Anlagerung von Adsorbaten an die Spitze während einer Messung auf HOPG . . . . .	80
6.6. Schnitt durch Abbildung 6.5 . . . . .	80
6.7. Effekt der Probenheizung . . . . .	84
6.8. REM-Aufnahmen von Hebelarmspitzen . . . . .	85
A.1. Ausschnitt aus einem statisch gebogenen Hebelarm . . . . .	92
A.2. Modell für einen Hebelarm über einer modulierten Probe . . . . .	95
A.3. Struktogramm der Computersimulation . . . . .	96
B.1. Schema des Aufbaus zur Resonanzkurvenmessung durch einen Meßrechner . . . . .	98

# Tabellenverzeichnis

2.1. Oberflächenenergie einiger Materialien . . . . .	3
3.1. Technische Daten der POINTPROBE–Hebelarme . . . . .	25
3.2. Lösungen der Euler–Bernoulli–Differentialgleichung für einen balkenförmigen Hebelarm . . . . .	40
3.3. Resonanzfrequenzen eines balkenförmigen Silizium–Hebelarms . . . . .	40

# 1. Einleitung

Durch unsere Arbeitsgruppe wurde die Modulations-Reibungsmikroskopie [1] als dynamisches Meßverfahren zur Reibungsmessung etabliert, welche eine Reihe von Vorzügen aufweist. Die Mikroskope diesen Typs besitzen einen einfachen kompakten Aufbau, der ohne einen zweiten Detektor für die Lateralkraftmessung auskommt. Ein gewöhnliches Rasterkraftmikroskop mit einer laserinterferometrischen Abstandsdetektion [2] wird dazu elektronisch so erweitert, daß die simultane Erfassung von Topographie und Reibungsinformation möglich wird. Die Konstruktion des Mikroskops erlaubt deshalb ebenfalls den unproblematischen Betrieb unter Vakuum- und Kryobedingungen.

In der Modulations-Reibungsmikroskopie werden dem Hebelarm über den Kontakt der Tastspitze mit der modulierten Probenoberfläche Biegeschwingungen aufgeprägt, die von der Art des Kontakts abhängen (u. a. den Reibungseigenschaften). Bisherige Messungen fanden in der Regel bei Frequenzen weit unterhalb der Resonanzmoden des Hebelarms statt [3]. Es sollte aber möglich sein, die Empfindlichkeit des Meßprinzips dadurch zu steigern, daß man zum einen die Probe in der Nähe der Biegeresonanzfrequenz des Hebelarms moduliert und zum anderen die Messungen im Vakuum durchführt. Daraufhin würde die Dämpfung der Hebelarmschwingungen durch Luftreibungseffekte vernachlässigbar und alle gemessenen Verluste könnten dem Reibungskontakt zugeschrieben werden. Dazu müssen aber die statischen und dynamischen Eigenschaften der verwendeten mikrostrukturierten Hebelarme bekannt sein, weil zu erwarten ist, daß sie einen Einfluß auf die Abbildungskontraste haben.

Ferner wurde in früheren Arbeiten [3, 4] festgestellt, daß Oberflächenverunreinigungen (z. B. unter Umgebungsbedingungen immer auftretende Feuchtigkeitsfilme) den Reibungskontrast dominieren. Es lassen sich keine Materialeigenschaften reproduzierbar lokal messen, wenn die Probenoberfläche massiv mit Adsorbaten belegt ist. Aus diesem Grund sollten die Messungen unter saubereren Bedingungen, wie sie im Ultrahochvakuum (UHV) möglich sind, durchgeführt werden. Auf saubereren Probenoberflächen müßten sich dann Reibungseffekte (z. B. der Einfluß des Kristallgitters) untersuchen lassen, die vorher aufgrund der Adsorbate nicht zugänglich waren.

## 2. Kraftwechselwirkungen am Punktkontakt

Im folgenden werden zunächst allgemein Kraftwechselwirkungen zwischen den Oberflächen zweier Körper beschrieben, wobei schwerpunktmäßig die Oberflächenpotentiale bzw. die dazugehörigen Beschreibungsmodelle betrachtet werden. Anschließend werden, daraus abgeleitet, Lateralkräfte und Reibungseffekte im atomaren Bereich untersucht.

### 2.1. Kräfte an Oberflächen

#### 2.1.1. Van der Waals-Kräfte

Zwischen Atomen und Molekülen mit abgeschlossenen Elektronenschalen sind keine kovalenten Bindungen möglich. Trotzdem kommt es z. B. bei Edelgasen zu Kristallbindungen, obwohl deren Atome im Zeitmittel eine kugelsymmetrische Ladungsverteilung mit einer verschwindenden Gesamtladung haben. Eine klassische Modellvorstellung geht davon aus, daß die Kugelsymmetrie durch die ständige Bewegung der Elektronen um den Atomkern gestört wird und so fluktuierende elektrische Dipole entstehen. Diese Dipole induzieren in benachbarten Atomen oder Molekülen ihrerseits wieder Dipolmomente, so daß es zu einer anziehenden Wechselwirkung zwischen den fluktuierenden Momenten kommt. Die Kräfte die dabei auftreten bezeichnet man als Van der Waals-Kräfte. Besitzt ein Atom ein instantanes Dipolmoment  $p_1$ , so wird in einem Nachbaratom ein dazu proportionales Dipolmoment

$$p_2 \sim \frac{\alpha p_1}{r^3} \quad (2.1)$$

induziert. Hierbei ist  $\alpha$  die Polarisierbarkeit und  $r$  der Abstand zwischen den Momenten. Es ergibt sich eine Wechselwirkungsenergie, die mit der sechsten Potenz des Abstandes abfällt und deshalb zu extrem schwachen Bindungen führt (u. a. [5]):

$$W(r) \sim \frac{p_2 p_1}{r^3} \sim \frac{\alpha p_1^2}{r^6} . \quad (2.2)$$

Die Bindungsenergien liegen bei etwa 0.1 eV; dem entsprechend haben z. B. Molekülkristalle sehr niedrige Schmelz- und Siedetemperaturen. Eine quantenmechanische Störungsrechnung, bei der auch die Retardierungseffekte des Dipolfeldes berücksichtigt werden [6], liefert in zweiter Näherung für kleine Abstände die nicht-retardierte Van der Waals-Wechselwirkungsenergie, deren Abstandsabhängigkeit der

in der Gleichung (2.2) entspricht

$$W(r \rightarrow 0) = -\frac{C}{r^6} . \quad (2.3)$$

Die Proportionalitätskonstante  $C$  ist eine Funktion der statischen Polarisierbarkeiten  $\alpha_i$  der einzelnen Dipole. Für große Abstände bekommt man sogar noch stärker abfallende retardierte Terme  $W(r \rightarrow \infty) \sim 1/r^7$ , die meist vernachlässigt werden können.

### 2.1.2. Adhäsionskräfte

Will man einen Festkörper spalten, d. h. im Idealfall an einer definierten Gitterebene in zwei Teile auftrennen, dann muß die Bindungsenergie der entstehenden Oberflächenatome aufgebracht werden. Die Bindungsenergie der Oberflächenatome ist wegen der fehlenden Nachbarn kleiner als die der Volumenatome, so daß sich die Gesamtenergie des Festkörpers um die Oberflächenenergie verringert. Die Energie pro Einheitsfläche, die nötig ist, um zwei Medien vom Kontaktabstand  $z = \epsilon \approx 2 \text{ \AA}$  nach  $z = \infty$  zu trennen, bezeichnet man als Adhäsionsenergie. In guter Näherung gilt [7]:

$$\Delta W_{12} = \gamma_1 + \gamma_2 . \quad (2.4)$$

Hierbei sind  $\gamma_1$  bzw.  $\gamma_2$  die auf die jeweilige Festkörperhälfte und die Flächeneinheit bezogenen Oberflächenenergien. Betrachtet man zwei identische Festkörper mit  $\gamma = \gamma_1 = \gamma_2$ , so vereinfacht sich Gleichung (2.4) zu

$$\Delta W = 2 \gamma . \quad (2.5)$$

Für einen Körper, der in zwei Halbräume geteilt wird, ergibt sich die Oberflächenenergie [8]

$$\gamma = \frac{H}{24 \pi \epsilon^2} \quad \text{mit der Hamaker - Konstante } H = \pi^2 C n_1 n_2 . \quad (2.6)$$

$C$  ist der Koeffizient aus der Gleichung (2.3) der nicht-retardierten Van der Waals-Wechselwirkung und  $n_{1,2}$  bezeichnen die Anzahl der Teilchen pro Volumen in den jeweiligen Körpern.

Material	$\gamma$ [ J/m <sup>2</sup> ]
Graphit [9]	0.1
Silizium [10]	0.75
Niob [10]	2.5
Glimmer [7]	4.6

**Tabelle 2.1.:** Oberflächenenergie einiger Materialien.

Aus den Oberflächenenergien (vgl. Tabelle 2.1) lassen sich Adhäsionskräfte berechnen. In einem Beispiel aus der Sondenmikroskopie (siehe [8]) beträgt die Adhäsionskraft zwischen einer Kugel (Radius 50 nm und  $\gamma = 100 \text{ mJ/m}^2$ ) und einer Ebene dann  $F_{\text{adh}} \approx 6 \cdot 10^{-8} \text{ N}$ .

Bis jetzt wurden nur Festkörperkontakte unter Vakuumbedingungen betrachtet. An Luft findet jedoch an jeder Oberfläche eine Adsorption von Wasser oder Kohlenwasserstoffverbindungen statt, die dort einen dünnen Film bilden, der die Oberflächenenergie herabsetzt. Bei Umgebungsbedingungen gelagerten Glimmeroberflächen z. B. verringert sich die Oberflächenenergie auf etwa  $0.3 \text{ J/m}^2$  [7].

## 2.2. Oberflächenpotentiale und Kräfte

### 2.2.1. Oberflächenpotentiale

Um die Wechselwirkung zwischen zwei Körpern zu berechnen, geht man von den zugrundeliegenden Potentialen der Festkörperoberflächen aus. Im folgenden werden einige Modelle vorgestellt, mit denen sich Oberflächen beschreiben lassen.

Hierzu betrachtet man zunächst nur zwei sich gegenseitig beeinflussende Atome. Bei großen Abständen  $r$  dominiert die Van der Waals-Kraft und die Atome ziehen sich an. Bei kleinen Entfernungen ist dies nicht mehr der Fall, da die Dipolnäherungen der elektrischen Felder des Atoms, auf denen die Berechnung der Van der Waals-Wechselwirkung fußt, nicht mehr zulässig sind. Die Elektronen der Atome können zum Nachbaratom tunneln, so daß das Potential der attraktiven Wechselwirkung wegen der Tunnelwahrscheinlichkeit eine exponentielle Abstandsabhängigkeit (Abstand  $r$ ) aufweist [4]

$$V_{\text{att}}(r) = -V_{0,\text{att}} e^{-r/r_{0,\text{att}}} . \quad (2.7)$$

Werden die Abstände noch kleiner, dann wird die Kernladung von der Elektronenhülle nicht mehr vollständig abgeschirmt. Die Kernabstoßung führt zu einem repulsiven Term, der ebenfalls exponentiell entsprechend der Abnahme der Elektronendichte vom Abstand abhängt:

$$V_{\text{rep}}(r) = +V_{0,\text{rep}} e^{-r/r_{0,\text{rep}}} . \quad (2.8)$$

Mit diesen beiden Potentialen, die die Wechselwirkung eines zweiatomigen Moleküls beschreiben, lassen sich einige Effekte an Festkörperoberflächen erklären, da hier ebenfalls das Tunneln von Elektronen und die Abstoßung der positiven Kerne auftreten.

Typische phänomenologische Oberflächenpotentiale zeigen zunächst eine periodische Struktur, mit der die Anordnung der Atome dargestellt wird [11]. In guter Näherung läßt sich das Oberflächenpotential leicht erweitern und man erhält folgenden Ausdruck:

$$V(x, z) = V_0 e^{-k_z z} (1 + A \cos k_x x) . \quad (2.9)$$

Hierbei steht die  $z$ -Achse senkrecht und die  $x$ -Achse parallel zur Oberfläche.

Besser läßt sich die Festkörperoberfläche durch das sogenannte *Jellium*-Modell beschreiben, bei dem die lokalisierte positive Ladung der Atomkerne durch eine homogene positive Ladungsdichte ersetzt wird. Für die Wechselwirkungsenergie zweier metallischer Oberflächen ergibt sich aus diesem Modell das *universelle* Potential [12]

$$V(x, z) = V_0(x) \left( 1 - \frac{z}{\lambda(x)} \right) e^{-z/\lambda(x)} . \quad (2.10)$$

Zunächst liefert das Jellium-Modell nur ein Potential senkrecht zur Oberfläche. Durch eine laterale Variation der Abfalllänge  $\lambda(x)$  und der Energie  $V_0(x)$  werden die Gittereigenschaften der Oberfläche beschrieben. Dieses Potential besitzt alle Charakteristika eines realen Oberflächenpotentials, wie einen attraktiven Bereich für große Abstände und einen stark repulsiven Bereich in der Nähe der Oberfläche. Daneben tritt ein Potentialminimum auf und die Periodizität der Oberfläche kann beschrieben werden.

### 2.2.2. Detektion von Kräften und weiteren Größen

Führt man die obigen Überlegungen fort, gelangt man zu einem Ansatz, bei dem sich die Theorie der Tunnelmikroskopie auf die der Kraftmikroskopie übertragen läßt [13]. Insbesondere folgt z. B., daß die Normalkraft  $F_N(r)$  auf die Tastspitze proportional zur Änderung des Tunnelstroms  $I(r)$  zwischen Probe und Spitze ist [14]. Dies wurde auch experimentell bestätigt [15], gilt aber nur solange die Wechselwirkung zwischen Spitze und Probe nicht zu groß ist.

Ist das Oberflächenpotential  $V$  bekannt, so lassen sich daraus alle für die Rasterkraft- und Reibungsmikroskopie wichtigen Größen bestimmen. Hierbei tritt ein Feder-Masse-System, bestehend aus einer Tastspitze und einer Biegefeder (Hebelarm), mit dem Oberflächenpotential in Wechselwirkung. Man erhält zum einen die Normalkraft  $F_N$  durch Bildung der Ableitung des Potentials senkrecht zur Oberfläche (für die Achsenbezeichnungen gelten dieselben Konventionen wie oben):

$$F_N(x, z) = -\frac{\partial V(x, z)}{\partial z} . \quad (2.11)$$

Würde man diese Normalkraft  $F_N$  während einer Bildmessung konstant halten, so ergäbe sich die Topographie der Oberfläche  $z(x, F_N)$  aus der impliziten Gleichung

$$F_N(x, z) = F_N(x, z(x)) . \quad (2.12)$$

Andererseits erhält man die Lateralkraft  $F_L$  durch die partielle Ableitung des Oberflächenpotentials in Bewegungsrichtung (hier:  $x$ -Achse) entlang des Schnitts durch die Topographie  $z(x, F_N)$ :

$$F_L = -\frac{\partial V(x, z)}{\partial x} \Bigg|_{z=z(x, F_N)} . \quad (2.13)$$

Die Variation der Energie  $E'$  entlang der  $x$ -Achse ergibt sich aus der totalen Ableitung des Potentials  $V$  entlang dieses Weges:

$$E'(x, z) = \frac{dV(x, z(x))}{dx} \Big|_{z=z(x, F_N)} = \underbrace{F_L|_{z=z(x, F_N)}}_{\frac{\partial V}{\partial x}} + \underbrace{F_N|_{z=z(x, F_N)} \cdot z'(x, z(x))}_{\frac{\partial V}{\partial z} \frac{\partial z}{\partial x}} . \quad (2.14)$$

Die Gesamtenergie des Systems Tastspitze–Oberfläche ist konstant, wenn keine Energie dissipiert wird. Die Tastspitze folgt aber im allgemeinen keiner Kurve konstanter Energie, da die durch das Oberflächenpotential gewonnene Energie als potentielle Energie in der Biegefeder gespeichert und auch wieder abgegeben werden kann. Wird die Normalkraft bei einer Messung konstant gehalten, so kann nur in der lateralen Auslenkung der Feder Energie gespeichert werden, während die Normalkomponente der Energie aufgenommen bzw. zurückgeführt wird. Bei der Abstandsregelung wird somit die Arbeit  $\Delta E$  gegen die konstante Kraft  $F_N$  geleistet:

$$\Delta E = F_N \int dz = F_N \cdot \Delta z . \quad (2.15)$$

Diese Energie ist keineswegs vernachlässigbar, so erhält man z. B. für einen Höhenunterschied von  $\Delta z = 0.1 \text{ nm}$  und eine Normalkraft  $F_N = 1 \text{ nN}$  eine Energie von  $\Delta E = 10^{-19} \text{ J} \approx 0.6 \text{ eV}$ . Weitere wichtige Größen sind die effektiven Federkonstanten  $c_x$  und  $c_z$ , die als Krümmung des Oberflächenpotentials  $V$  aufgefaßt werden können:

$$c_x = \frac{\partial^2 V(x, z)}{\partial x^2} , \quad (2.16)$$

$$c_z = \frac{\partial^2 V(x, z)}{\partial z^2} . \quad (2.17)$$

Diese Federkonstanten bestimmen zusammen mit dem Oberflächenpotential entscheidend die Dissipation der Energie und somit die Reibung [4]. Für repulsive Potentialbereiche können  $c_x$  und  $c_z$  negative Werte annehmen, so daß das System Spitze–Probe instabil wird und damit Reibungseffekte auftreten (vgl. Abschnitt 2.3.3 auf Seite 8).

## 2.3. Reibung im atomaren Bereich

Schon vor 500 Jahren formulierte Leonardo da Vinci (1452–1519) die Gesetzmäßigkeiten, denen die Bewegung eines Klotzes über einer schiefen Ebene zu Grunde liegt. Im 17. Jahrhundert untersuchte der französische Physiker Guillaume Amontons [16] die Gleitreibung zwischen zwei Flächen und entdeckte die von da Vinci aufgestellten Beziehungen zum zweiten Mal. Manchmal werden diese klassischen Reibungsgesetze noch um eine dritte Regel erweitert, die auf Charles–Augustin de Coulomb (1736–1806) zurückgeht:

1. Die Reibungskraft wirkt der Gleitbewegung entgegen und ist proportional zur Normalenkraft, mit der zwei Körper aneinander gepreßt werden.
2. Die Reibungskraft ist unabhängig von der Größe der Auflagefläche des gleitenden Gegenstandes.
3. Die Reibungskraft ist nahezu unabhängig von der Geschwindigkeit, mit der sich die Körper gegeneinander bewegen.

Die empirisch gefundenen Reibungsgesetze haben bis auf geringe Modifikationen bis heute Bestand. Im Gegensatz dazu mußten viele Versuche, sie theoretisch zu erklären, wieder verworfen werden.

Zunächst nahm man an, daß die Rauigkeit der Oberfläche die entscheidende Ursache für die beobachteten Reibungsphänomene war. Doch schon in den fünfziger Jahren konnte diese naheliegende Vermutung widerlegt werden. Man beobachtete, daß sich unter bestimmten Bedingungen die Reibungskraft verringert, wenn eine Fläche unebener als eine andere ist oder sich erhöhen kann, wenn man beide Oberflächen glättet (Kaltverschweißung von polierten Metalloberflächen).

Erfolgreicher waren die Überlegungen der Arbeitsgruppe um F.P. Bowden und D. Tabor [17], nach denen Reibung durch molekulares Haften entsteht, d. h. durch Anziehungskräfte zwischen den Teilchen der beteiligten Oberflächen. Sie fanden außerdem heraus, daß Reibung unabhängig von der makroskopischen aber proportional zur tatsächlichen Kontaktfläche ist. Unter dieser versteht man die Summe der Punkte an denen sich zwei Flächen an mikroskopisch feinen Unebenheiten berühren und verzahnen. Mit diesen Vorstellungen ist aber nicht vereinbar, daß Reibungskräfte auch bei nahezu verschleißfreien Vorgängen auftreten können, die nach Tabor eigentlich nicht vorkommen sollten.

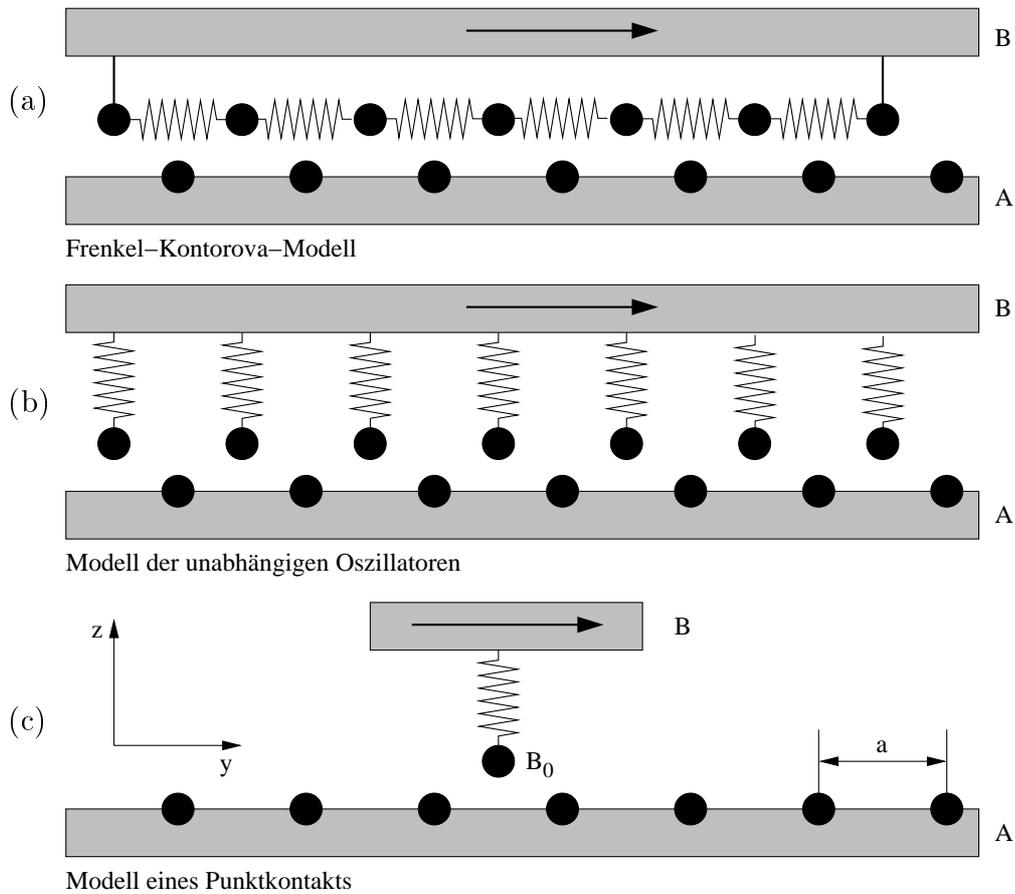
Durch Beschreibung der Reibungseffekte mittels Gitterschwingungen kommt man der Lösung der Probleme näher [18, 19].

### 2.3.1. Frenkel–Kontorova–Modell

Vor 70 Jahren versuchten G.A. Tomlinson [20] und später Y.I. Frenkel und T. Kontorova [21] die Reibungsphänomene in leider wenig beachteten Forschungen durch Gitterschwingungen zu beschreiben. In ihrem Modell werden die einzelnen Oberflächenatome durch harmonisch gekoppelte Oszillatoren dargestellt, die über einen nicht näher spezifizierten Dämpfungsmechanismus Energie aus der Gleitbewegung dissipieren (Abbildung 2.1a).

### 2.3.2. Modell der unabhängigen Oszillatoren

Einen ähnlichen Ansatz zum Verständnis der Reibungsphänomene benutzte G.M. McClelland [22]. Er entwickelte ein einfaches Modell der verschleißfreien Reibung, wel-



**Abbildung 2.1.:** Konfiguration der verschiedenen Reibungsmodelle.

ches ebenfalls auf den Schwingungen des Atomgitters beruht. Die Verluste in Form von Phononen und Wärme müssen durch eine größere Kraft ausgeglichen werden, um z. B. die Bewegung eines Körpers auf einer Oberfläche aufrecht zu erhalten. Bei diesem Modell der unabhängigen Oszillatoren wird eine Kontaktfläche durch Atome beschrieben, die unabhängig von einander harmonisch an den tragenden Körper gekoppelt sind (Abbildung 2.1b).

### 2.3.3. Punktkontaktreibung

Durch die beiden oben vorgestellten Modelle läßt sich zeigen, daß Reibungskräfte grundsätzlich an atomar glatten Oberflächen auftreten, ohne daß diese deformiert werden bzw. einem Verschleiß unterliegen. Ferner liefern sie noch das bemerkenswerte Resultat, daß die Reibungskraft außerdem vom Verhältnis der Gitterkonstanten der beteiligten Kontaktflächen abhängt. Hohe Lateralkräfte treten immer dann auf, wenn die Oberflächenatome durch ein ganzzahliges Verhältnis der Gitterkonstanten gut ineinander greifen.

Die beiden Modelle (vgl. Abbildungen 2.1a und 2.1b) lassen sich auf den Fall eines punktförmigen Reibungskontakts zurückführen, der die grundlegenden Zusammenhänge ebenfalls wiedergibt und im folgenden kurz beschrieben werden soll (vgl. [22]). Der Einfachheit halber wird die Fläche  $A$  durch ein periodisches Potential  $V_{\text{period}}(x)$  modelliert, welches die repulsive Wechselwirkung der Oberflächenatome repräsentiert [4, 11]:

$$V_{\text{period}}(x) = V_0 \cos\left(\frac{2\pi}{a}x\right) . \quad (2.18)$$

Die  $x$ -Achse verläuft parallel zur Oberfläche und  $a$  entspricht der Gitterkonstante. Die Abstandsabhängigkeit des Oberflächenpotentials steckt in der Kopplungstärke  $V_0$ . Die zweite Kontaktfläche  $B$  reduziert sich auf einen einzigen Oszillator  $B_0$  (Abbildung 2.1c), dessen starke Bindung zum Festkörper ein parabolisches Potential beschreibt:

$$V_B(x) = \frac{k_B}{2}(x - p_x)^2 . \quad (2.19)$$

Der lineare Oszillator hat eine Federkonstante  $k_B$  und befindet sich am Aufhängepunkt  $p_x$ . Bei einer Relativbewegung zwischen  $A$  und  $B$  wirkt nun das effektive Potential  $V_{\text{eff}}(x)$  auf den Oszillator  $B_0$ , das durch die Beziehung

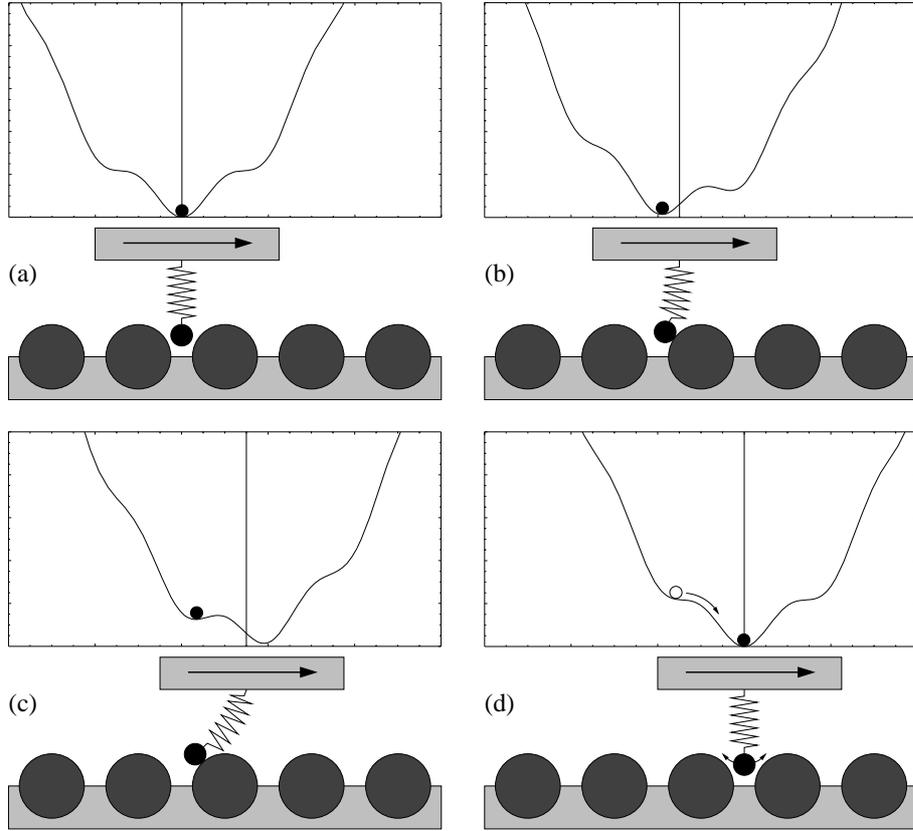
$$V_{\text{eff}}(x) = V_{\text{period}} + V_B = V_0 \left( \cos\left(\frac{2\pi}{a}x\right) + \frac{k_B}{2V_0}(x - p_x)^2 \right) \quad (2.20)$$

gegeben ist. Nimmt man eine unendlich langsame Bewegung des Oszillators  $B_0$  über der Fläche  $A$  an, so ändert sich das Potential ebenfalls unendlich langsam. Die Bewegung von  $B_0$  ist konservativ, d. h.  $B_0$  verbleibt in dem sich ändernden Minimum des effektiven Potential  $V_{\text{eff}}$  ohne Energieverlust. Reicht die Größe von  $V_{\text{period}}$  aus, um lokale Minima im effektiven Potential zu erzeugen, so kann es vorkommen, daß  $B_0$  abrupt in die Potentialsenke fällt, wenn das lokale Minimum bei der Bewegung verschwindet (Abbildung 2.2). Die Energie der entstehenden schnellen Schwingungen wird in diesem Modell im Oszillator in Wärme umgewandelt. In der Realität muß jedoch davon ausgegangen werden, daß der Festkörper, über den der Punktkontakt gleitet, ebenfalls einen (materialabhängigen) Teil der Energie aufnimmt, da in diesem von der Kristallstruktur abhängige Phononen angeregt werden. Reibungsphänomene treten im obigen Modell immer dann auf, wenn  $V_{\text{eff}}$  neben dem globalen auch ein lokales Minimum besitzt. Aus  $V_{\text{eff}}$  läßt sich nun die effektive Kraft  $F_{\text{eff}}$  und die effektive Federkonstante  $k_{\text{eff}}$  berechnen:

$$F_{\text{eff}}(x) = -\frac{dV_{\text{eff}}}{dx} = V_0 \left( \frac{2\pi}{a} \sin\left(\frac{2\pi}{a}x\right) - \frac{k_B}{V_0}(x - p_x) \right) , \quad (2.21)$$

$$k_{\text{eff}}(x) = \frac{d^2V_{\text{eff}}}{dx^2} = V_0 \left( -\left(\frac{2\pi}{a}\right)^2 \cos\left(\frac{2\pi}{a}x\right) + \frac{k_B}{V_0} \right) . \quad (2.22)$$

Die effektive Federkonstante entspricht der Krümmung des effektiven Potentials und stellt ein wesentliches Kriterium für die Stabilität des Systems dar. Ist die Beziehung

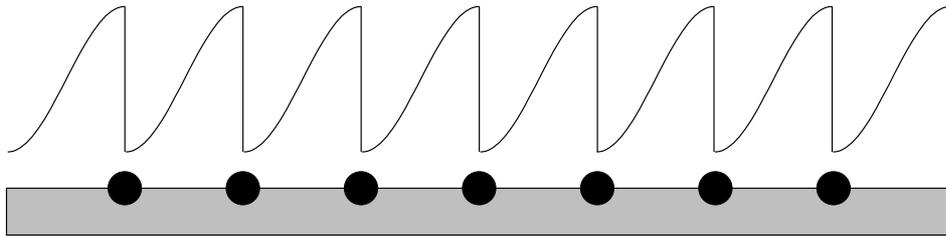


**Abbildung 2.2.:** Bewegung eines Oszillators über eine atomare Oberfläche: Der Oszillator wird von links nach rechts über die Oberfläche gefahren. Zu den einzelnen Schritten ist das im Text beschriebene effektive Wechselwirkungspotential  $V_{\text{eff}}$  gezeichnet. Im letzten Schritt springt der Oszillator in das nächste Potentialminimum. Wäre das Oberflächenpotential  $V_{\text{period}}$  schwächer, würden sich keine lokalen Minima in  $V_{\text{eff}}$  während der Bewegung ausbilden und es gäbe kein plötzliches Überspringen (vgl. [22]).

$k_{\text{eff}} > 0$  erfüllt, dann befindet sich das System in einem stabilen Zustand, d. h. bei einer unendlich langsamen Bewegung wird über den Dämpfungmechanismus keine Energie dissipiert. Dieser Fall tritt immer dann ein, wenn ein schwaches Oberflächenpotential vorliegt (siehe Gleichung (2.21)). In dem hier beschriebenen Potential entspricht dies der Bedingung

$$k_{\text{B}} > \underbrace{V_0 \left( \frac{2\pi}{a} \right)^2}_{= \frac{d^2 V_{\text{period}}}{dx^2}}. \quad (2.23)$$

Die Krümmung von  $V_{\text{eff}}$  ist dann überall konkav und es tritt nur ein Minimum auf. Für  $k_{\text{eff}} < 0$  ist das System instabil und das oben beschriebene Überspringen des Oszillators in das nächste Potentialminimum erfolgt. Die Energie, die das System



**Abbildung 2.3.:** Qualitativer Verlauf der laterale Auslenkung eines Punktkontakts im periodischen Oberflächenpotential.

vor dem Eintreten der Instabilität inne hatte, wird irreversibel absorbiert. Für das Beispielpotential  $V_{\text{eff}}$  ergibt sich entsprechend

$$k_{\text{B}} < V_0 \left( \frac{2\pi}{a} \right)^2 . \quad (2.24)$$

Die dabei auftretenden periodischen, lateralen Auslenkungen des Punktkontakts sind in der Abbildung 2.3 dargestellt. Deutlich ist das Überspringen in die nächste Potentialmulde am steilen Abfallen der Kurve hinter jedem Oberflächenatom zu erkennen. Man bezeichnet das Wandern des Oszillators von einem Potentialminimum zum nächsten als *stick-slip*-Bewegung. Eine experimentelle Bestätigung dieser Überlegungen findet man unter anderem in [23], wo das Verhalten einer über Graphit gleitenden Wolframspitze betrachtet wurde.

Schon dieses einfache Modell zeigt, daß Reibungsphänomene auch bei atomar glatten Oberflächen auftreten können, ohne daß dazu eine physikalische oder chemische Veränderung der Körper stattfinden muß. Ferner hängt die Reibung entscheidend von der Art und Intensität der Wechselwirkung und damit letztlich dem Abstand der beiden Oberflächen ab. Zusätzliche Effekte, wie das Aufbrechen bzw. Knüpfen von Bindungen oder Deformationen der beim Gleiten beteiligten Oberflächen benötigen ebenfalls Energie. Im Falle einer schwachen Wechselwirkung besteht jedoch die Möglichkeit, daß Energie durch Relaxationsvorgänge und das reversible Bilden von Bindungen wieder zurückgewonnen werden kann. Herrscht zwischen den Atomen der gleitenden Körpern jedoch eine starke Wechselwirkung vor, dann treten Relaxationen so schnell auf, daß die dazu nötige Energie nicht mehr aus der Schwingung erhalten werden kann. Es kommt zu einer irreversiblen Energiedissipation (Entstehung von Phononen), die über die Bewegungsenergie der Körper aufgebracht werden muß.

## 3. Rasterkraft- und Reibungsmikroskopie

Mit rastersondenmikroskopischen Verfahren lassen sich eine Vielzahl von lokalen Oberflächeneigenschaften einer Probe untersuchen. Je nach Art der Meßsonde und der damit verbundenen physikalischen Wechselwirkung werden verschiedene lokale elektrische, magnetische, thermische, optische oder mechanische Oberflächeneigenschaften betrachtet. Die Auflösung dieser auch als Nahfeldmikroskope bezeichneten Geräte hängt nicht von der Wellenlänge der verwendeten Strahlung, sondern vom Durchmesser der Meßsonde und deren Abstand zur Probe ab [24]. Beim Rastertunnelmikroskop beispielsweise wirkt das Atom am Sondenapex mit einem Durchmesser von 2 Å als Aperturblende.

Die meisten Apparaturen unterscheiden sich prinzipiell nur im verwendeten Sensor. Gemeinsam ist den diversen Instrumenten, daß sie eine Rastereinheit besitzen, die dafür sorgt, daß der Detektor einen Bereich der Probe zeilenweise abtastet. Die Rastervorrichtung besteht heutzutage aus piezokeramischen Röhrrchen, mit denen sowohl der Scan-Vorgang als auch die Abstandregelung des Sensors bis in den Subnanometerbereich möglich wird. Zusätzlich sorgt eine weitere Positioniereinheit für die grobe Justage und Annäherung der Probe an den Sensor.

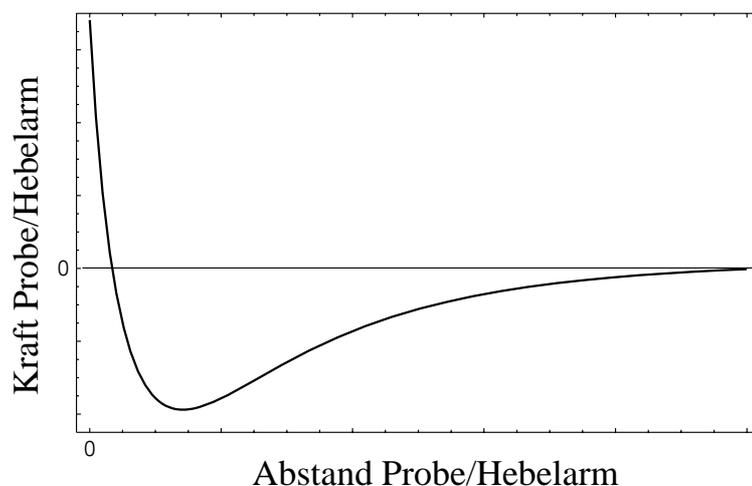
### 3.1. Kraftmikroskopie

Bei der Rasterkraftmikroskopie (RKM<sup>1</sup>) besteht die Meßsonde aus einer einige Mikrometer langen Tastspitze, die sich am freien Ende eines Hebelarms<sup>2</sup> (Länge einige 100 µm) befindet. Kraftwechselwirkungen zwischen der Probenoberfläche und der Spitze führen zur Durchbiegung des Hebelarms. Ursprünglich wurde bei der Rasterkraftmikroskopie die Van der Waals-Kraft zwischen Spitzen- und Probenatomen zur Bildgebung verwendet, jedoch lassen sich auch andere lokale langreichweitigere Kräfte wie z. B. elektrostatische oder magnetische Kräfte messen [25, 26, 27]. An Hand der grundlegenden Kräfte zwischen den einzelnen Atomen von Spitze und Probe sollen nun die Betriebsmodi eines Kraftmikroskops näher erläutert werden. Trägt man diese lokalen Kraftwechselwirkung gegenüber dem Spitze/Probe-Abstand auf, so beobachtet man bei sehr geringen Distanzen bzw. beim Berühren der Oberfläche eine repulsive Kraftwechselwirkung, die im *Contact-Modus* ausgenutzt wird. Bei größeren

---

<sup>1</sup>Im Englischen: *scanning force microscopy* (SFM)

<sup>2</sup>In der Literatur wird der Hebelarm häufig auch als *Cantilever* bezeichnet.



**Abbildung 3.1.:** Kraft-Abstands-Kurve des Lennard-Jones-Potentials, welches eine Überlagerung der attraktiven Van der Waals-Wechselwirkung und des repulsiven Potentials des Atomkerns darstellt. Sobald die Gesamtkraft größer als Null ist, definiert man den Kontakt der Spitze mit der Oberfläche (*Contact-Modus*). Beim *Non-Contact-Modus* arbeitet man in einem Bereich, in dem die attraktiven Kraftanteile dominieren.

Abständen treten attraktive Van der Waals-Kräfte auf (siehe Abschnitt 2.1.1 auf Seite 2); in diesem Bereich arbeitet man im *Non-Contact-Modus* (siehe Abbildung 3.1). Die Wechselwirkung läßt sich durch das phänomenologische Lennard-Jones-Potential (Gleichung (3.1)) beschreiben (z. B. in [5]), das zum anziehenden Van der Waals-Potential der Dipol-Dipol-Wechselwirkung noch einen abstoßenden Term hinzufügt<sup>3</sup>:

$$\Phi(r) = 4\epsilon \left[ \left(\frac{\sigma}{r}\right)^{12} - \left(\frac{\sigma}{r}\right)^6 \right] \quad (3.1)$$

Neben dem Abstand  $r$  beschreiben die Parameter  $\epsilon$  und  $\sigma$  die Stärke der Anziehung bzw. der Abstoßung.

### 3.1.1. *Contact-Modus*

Berührt die Hebelarmspitze die Oberfläche der Probe und wird in Rasterrichtung über die Probe bewegt, so verbiegt sich der Hebelarm aufgrund der repulsiven Kraftwechselwirkung entsprechend der Topographie der Oberfläche. Mit diesem Verfahren lassen sich Ortsauflösungen bis in den atomaren Bereich erzielen. Obwohl der *Contact-Modus* bei vielen Proben erfolgreich eingesetzt wird, kann die Spitzenbewegung auf empfindlichen Oberflächen (z. B. dünne Schichten, biologische Proben o. ä.) zu merklichen Zerstörungen der zu untersuchenden Strukturen führen.

<sup>3</sup>Es existiert kein spezieller Grund, warum hier 12 als Exponent gewählt wird, außer der analytischen Einfachheit und daß dieser größer sein muß als der des Van der Waals-Terms.

### 3.1.2. *Non-Contact-Modus*

In der *Non-Contact*-Kraftmikroskopie (erstmalig beschrieben in [28]) wird der Hebelarm in der Nähe der Probenoberfläche geführt (der Abstand zur Probe liegt im Nanometerbereich). Da die Spitze die Probe mechanisch nicht berührt, treten keine Verunreinigungen oder Modifikationen der zu untersuchenden Oberfläche auf. Der *Non-Contact*-Modus eignet sich deshalb besonders für weiche Proben. Problematisch ist, daß während der ersten Annäherung der Spitze an die Probe der exakte Abstand zwischen beiden erst dann bekannt ist, wenn sie sich leicht berühren. Es kann also doch zu Veränderungen an der Spitze bzw. an der Oberfläche kommen, wenn auch die Wahrscheinlichkeit dafür wesentlich geringer ist. Gegenüber dem *Contact*-Betrieb muß man ferner mit einer verringerten Ortsauflösung rechnen (einige Nanometer), die durch den Spitze/Probe-Abstand bedingt ist.

Um trotz der schwachen Wechselwirkungskräfte empfindliche Messungen durchführen zu können, wird vorwiegend der sogenannte dynamische Meßbetrieb verwendet. Hierbei regt man den Hebelarm bei dessen Resonanzfrequenz zu Schwingungen an. Die Resonanzfrequenz des Hebelarms wird von seiner Federkonstante beeinflusst, die wiederum im *Non-Contact*-Modus vom Kraftgradienten abhängt. Dieser dynamische Betrieb erlaubt die driftfreie Messung von Wechselwirkungskräften über den Kraftgradienten.

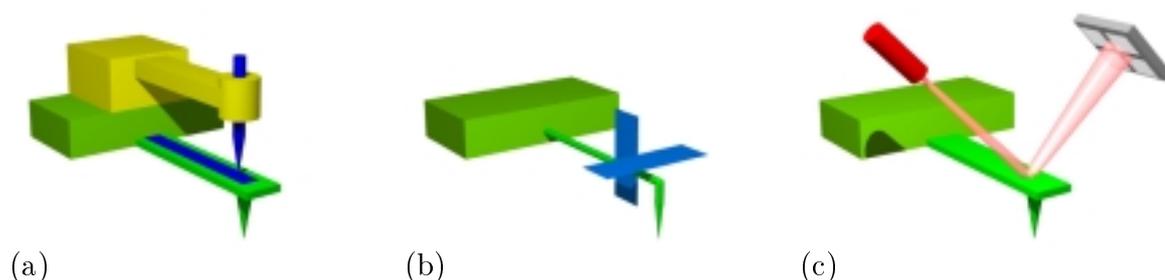
### 3.1.3. *Tapping-Modus*

Der *Tapping*-Modus<sup>4</sup> [29] überwindet die Einschränkungen der oben besprochenen konventionellen Meßmodi. Der Hebelarm wird zu Oszillationen (Größenordnung 100 kHz) nahe seiner Resonanzfrequenz angeregt, so daß die Raster Spitze abwechselnd in Kontakt mit der Oberfläche tritt und danach wieder angehoben wird. So kann eine hohe Ortsauflösung erzielt werden, ohne daß die Spitze in zerstörerischer Art über die Oberfläche der Probe gleitet. Wenn bei den Oszillationen die Meßspitze in kurzen Abständen die Probe berührt, verliert der Hebelarm notwendigerweise Energie; seine Schwingungsamplitude nimmt ab. Diese Energieverluste werden benutzt um z. B. elastische Materialeigenschaften zu messen [30]. Die Änderung der Hebelarmamplitude ist ferner ein direktes Maß für den Abstand zwischen Probe und Spitze, so daß darüber die Topographie bestimmt werden kann.

Die *Tapping*-Kraft ist geringer als man zunächst vermutet, weil die Probenoberfläche nur die Energie absorbieren muß, die der Hebelarm während eines Schwingungszyklus gewinnt. Aufgrund der hohen Güten der Hebelarme liegt die durch diesen Energiebetrag verursachte Erhöhung der Schwingungsamplitude in der Größenordnung von 0.01 nm, klein genug um eine Vielzahl von empfindlichen Oberflächen zerstörungsfrei untersuchen zu können.

---

<sup>4</sup>Eine andere in der Literatur gängige Bezeichnung lautet *Intermittent-Contact-Modus*.



**Abbildung 3.2.:** Schematischer Aufbau einiger Auslenkungsdetektionsmethoden für Hebelarme: (a) Tunnelspitze über einem mikrostrukturierten Hebelarm, (b) kapazitiver Sensor an einem Drahthebelarm für Normalen- und Lateralkräfte, (c) Lichtzeigermethode mit einer Viersegmentfotodiode

## 3.2. Verfahren zur Auslenkungsdetektion der Mikrohebelarme

Die Verbiegung des Hebelarms kann auf viele verschiedene Arten gemessen werden. Hier soll nur ein kurzer Überblick der historisch und in der Anwendung wichtigsten Verfahren gegeben werden. Auf selten verwendete oder in diesem Zusammenhang zu spezielle Methoden, wie z. B. einem piezoresistiven Hebelarm [31], wird nicht näher eingegangen.

### 3.2.1. Tunnelstrom

Aus der Entwicklung des ersten Rastertunnelmikroskops (RTM<sup>5</sup>) von Binnig und Rohrer [32] ging ein Rasterkraftmikroskop hervor, dessen Hebelarmauslenkung durch eine darüber angebrachte Spitze eines Tunnelmikroskops bestimmt wurde [33] (Abbildung 3.2a). Da die Detektion auf der exponentiellen Abhängigkeit des Tunnelstroms vom Abstand (wenige Ångström) zwischen der Spitze und der leitenden Oberfläche des Hebelarms beruht [34, 35], ist es prinzipiell sehr empfindlich (typisch 0.1 Å).

Dieses Verfahren hat aber eine Reihe von Nachteilen, z. B. den verhältnismäßig großen experimentellen Aufwand für die Bereitstellung der Ultrahochvakuumbedingungen, da an Luft ein Betrieb wegen Verunreinigungen zwischen Tunnelspitze und Hebelarm nicht möglich ist. Außerdem benötigt man ein zusätzliches Tunnelmikroskop inklusive Elektronik und man ist auf einen kleinen Auslenkungsbereich des Hebelarms beschränkt. Diese Detektionsmethode wird deshalb heute praktisch nicht mehr eingesetzt.

---

<sup>5</sup>Im Englischen: *scanning tunneling microscope* (STM)

### 3.2.2. Kapazitiver Detektor

Der Hebelarm dient bei diesem Aufbau als der bewegliche Elektroden teil eines Kondensators (Abbildung 3.2b). Über eine entsprechende starre Gegenelektrode und eine Ausleseelektronik kann die sich mit der Auslenkung des Hebelarms variierende Kondensatorkapazität empfindlich gemessen werden [36].

### 3.2.3. Lichtzeigermethode

Bei diesem weit verbreiteten Verfahren wird ein Laserstrahl auf den Hebelarm fokussiert und eine Zweisegmentfotodiode empfängt den Reflex [37]. Wird der Hebelarm ausgelenkt, so wandert der Lichtpunkt des Lasers auf der Fotodiode, wobei über die Differenz der beiden Signale der einzelnen Segmente auf die Auslenkung geschlossen werden kann. Will man zusätzlich dazu noch die Torsion des Hebelarms messen, so wird eine Viersegmentfotodiode als Detektor eingesetzt [4] (Abbildung 3.2c).

### 3.2.4. Laserinterferometer

Wesentlich kompakter und dadurch unempfindlicher gegenüber externen Schwingungen oder Erschütterungen wird die optische Auslenkungsdetektion durch Verwendung eines Laserinterferometers auf Glasfaserbasis [2, 38, 39]. Der Laserstrahl wird dabei über eine Glasfaser an den Hebelarm geführt. Das Ende der Faser und damit die Laserlichtaustrittsöffnung, wird dazu einige Mikrometer oberhalb des Hebelarms montiert (siehe z. B. Abbildung 3.8 auf Seite 24) und über die Interferenz des am Glasfaserende und an der Hebelarmoberseite reflektierten Lichts lässt sich die Verbiegung des Hebelarms bestimmen.

## 3.3. Reibungsmikroskopie

### 3.3.1. Detektion von Lateralkräften

Neben Normalenkräften, die zu einer Auslenkung des Hebelarms führen und letztendlich Auskunft über die Morphologie der Probe geben, entstehen durch den Scan-Vorgang oder ähnliche Relativbewegungen zwischen Spitze und Probe Lateralkräfte, die durch die verschiedenen lokalen elastischen und tribologischen Eigenschaften des Untersuchungsobjekts hervorgerufen werden. Bewegt sich zum Beispiel der Hebelarm senkrecht zu seiner Längsachse über die Probe, so erzeugen die an ihm angreifenden Lateralkräfte eine Torsion des Hebelarms [23]. Die Messung der Torsion kann über die im Abschnitt 3.2.3 beschriebene Lichtzeigermethode mit einer Viersegmentfotodiode erfolgen. Man erhält gleichzeitig sowohl die Topographie als auch die Reibungsinformationen [40, 41].

Alternativ setzt man auch anstelle eines mikrostrukturierten Hebelarms einen dünnen polierten Draht ein, dessen Verbiegung mit orthogonal zueinander angeordneten Sensoren abgetastet wird (siehe auch Abbildung 3.2b). Hierfür eignen sich sowohl Glasfaserlaserinterferometer [42, 43] als auch kapazitive Detektoren [44, 45].

#### 3.3.2. Allgemeine Eigenschaften von Rasterreibungsmikroskopen

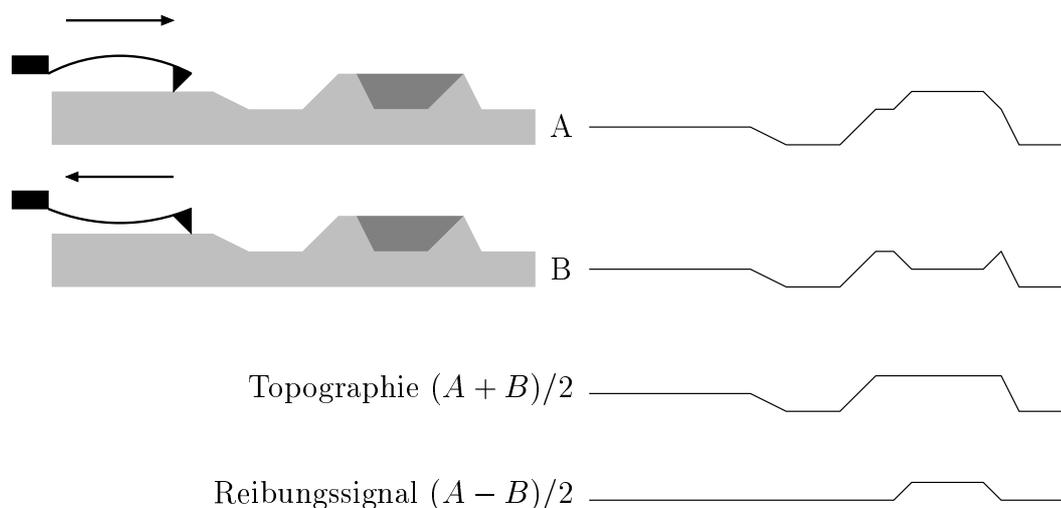
Gegenüber klassischen Meßinstrumenten der Tribologie zeichnet sich das Reibungskraftmikroskop durch die folgenden wesentlichen Merkmale aus:

- Wird das Reibungsmikroskop zur Messung von Normalen- bzw. Lateralkräften eingesetzt, so lassen sich hohe Kraftauflösung bis in den Femtonewtonbereich erzielen. Klassische Geräte weisen eine Kraftauflösung von  $10^{-5}$  N bis  $10^{-6}$  N auf und sind damit um Größenordnungen unempfindlicher.
- Mit einem Reibungsmikroskop können gleichzeitig Topographie und Reibungskraftbild erfaßt werden.
- Je nach Betriebsart des Reibungsmikroskops ist eine zerstörungsfreie Oberflächenprüfung möglich, wenn die zu untersuchende Oberfläche nur elastischen Verformungen unterliegt. Anhand lokaler Messungen läßt sich die verschleißfreie Reibung untersuchen.
- Bei den üblichen tribologischen Meßmethoden kommen makroskopische Oberflächen in Kontakt, die wiederum zu einer aus mehreren Mikrokontaktpunkten bestehenden Kontaktfläche führen. Die gemessenen Größen werden demnach über viele Mikrokontakte gemittelt. Bei der Reibungsmikroskopie hingegen tritt eine Kraftwechselwirkung zwischen Probe und Tastspitze an einem *einzelnen* möglichst definierten Kontaktpunkt auf. Die Geometrie dieses für die Reibung wichtigen Kontaktpunkts ist in der Regel durch den vorgegebenen Krümmungsradius der Hebelarmspitze eindeutig festgelegt. Bei den klassischen Experimenten ist es nicht möglich, die Natur der Kontaktfläche zu bestimmen.

Mit der Reibungskraftmikroskopie lassen sich die bisherigen Erkenntnisse, die mit makroskopischen Instrumenten (z. B. *Surface Force Apparatus* in [46], *Ball-on-Disc-Test* in [47] oder *Ball-flat-Tribometer* in [48]) ermittelt wurden, vertiefen.

#### 3.3.3. Differenz-Reibungsmikroskopie

Bei der Differenzmethode [49] wird der Umstand ausgenutzt, daß die Richtung der Reibungskraft entgegengesetzt zur Relativbewegung zwischen Probe und Tastspitze ist. Die Reibungskraft bleibt dabei jedoch betragsmäßig gleich. Im Gegensatz dazu wird die Topographie durch Normalenkräfte erzeugt, die unabhängig von der Abtastbewegung bzw. Richtung sind. Man nimmt demnach jede Zeile eines Bildes sowohl

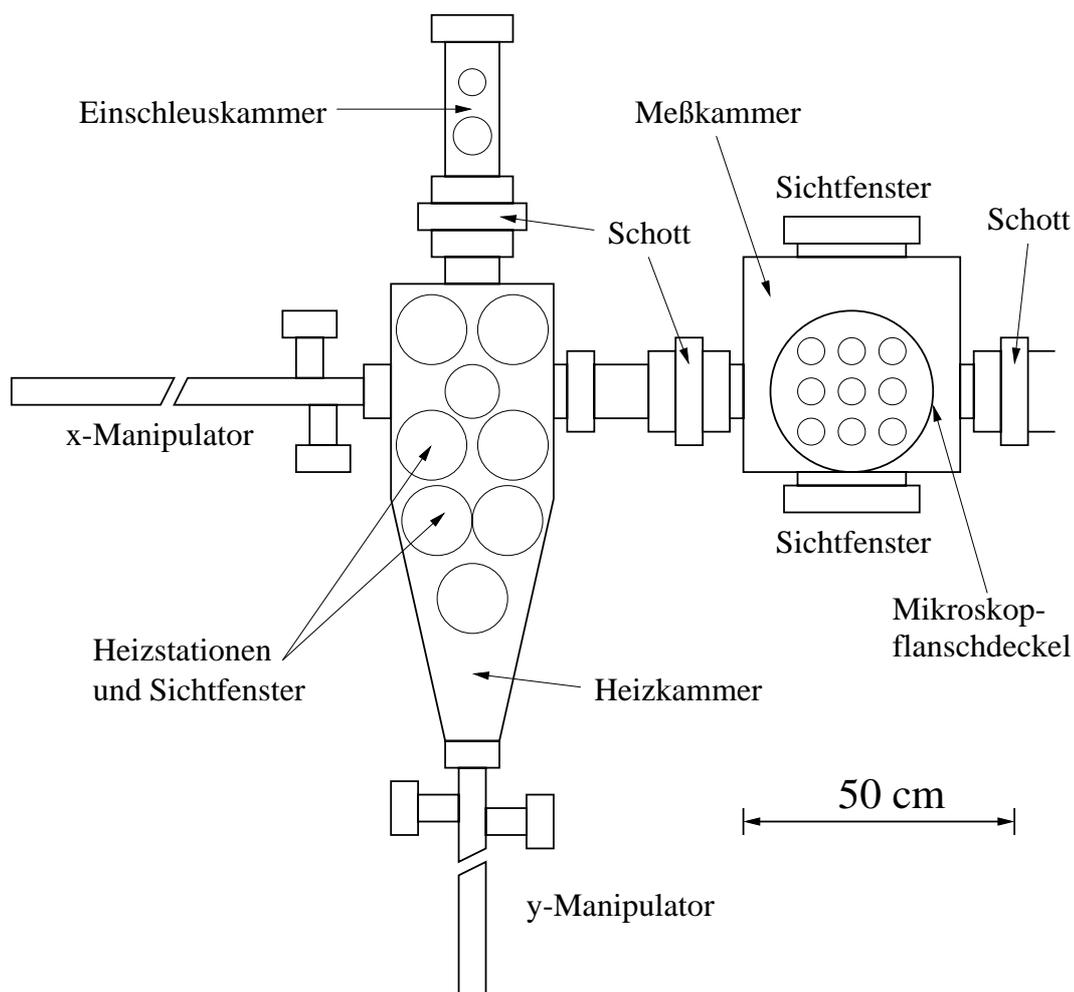


**Abbildung 3.3.:** Differenz-Reibungsmikroskopie: Berechnung des Topographie- und des Reibungssignals aus Hin- und Rückscan (Kurven A und B). Das dunkle Material hat eine höhere Reibung als das hellere.

in Vorwärts- als auch in Rückwärtsrichtung auf und ermittelt die Topographie durch Addition sowie das Reibungssignal durch Subtraktion der beiden Meßkuven (Abbildung 3.3). Das Verfahren hat einige Nachteile: Zum einen können Reibungsbild und Topographie erst nach Durchlauf eines Zyklus errechnet werden. Ferner wird die Berechnung durch eine Verschiebung der beiden aufgenommenen Kurven kompliziert, da die Meßspitze an den Umkehrpunkten der Scan-Bewegung an der Probe lokal haftet. Darüberhinaus beschränken Driften und Hystereseeffekte des Rasterpiezos die Genauigkeit dieser Methode.

### 3.4. Aufbau eines UHV-Kraftmikroskops

Das Ultrahochvakuum erlaubt es, die Probenoberflächen ohne störende Verunreinigungen zu messen. Nahezu ideal saubere Oberflächen lassen sich experimentell am einfachsten durch Spalten von Einkristallen im UHV präparieren. Außerdem gelingt dies durch Aufdampfen von dünnen Schichten oder durch eine Reihe von Reinigungsverfahren, wie z. B. Heizen und Ionen- oder Elektronenstrahlbeschuß im Vakuum. Darüberhinaus entfällt die bei Messungen an Luft starke Dämpfung der Hebelarme und anstatt Güten von etwa 100 erreicht man bei Siliziumhebelarmen Q-Werte in der Größenordnung von  $\sim 10^5$ . Messungen mit hoher Empfindlichkeit werden dadurch möglich.



**Abbildung 3.4.:** Schematische Draufsicht auf die einzelnen Rezipienten der UHV-Apparatur.

### 3.4.1. UHV-Mehrkammersystem

Das UHV-Kraftmikroskop ist in einer aus sechs Kammern bestehenden Vakuumanlage<sup>6</sup> untergebracht (vgl. Abbildung 3.4). Zur Zeit werden drei Kammern für sondenmikroskopische Zwecke genutzt. Die einzelnen Kammern können durch pneumatische Schotts voneinander getrennt werden, durch eine Vielzahl von Sichtfenstern lassen sich die Vorgänge im Innern kontrollieren.

Die zu untersuchenden Proben werden auf die Oberseite kleiner Edelstahlplatten geklebt, die innerhalb der Anlage zu den verschiedenen Stationen transportiert werden können. Die erste und auch kleinste Kammer dient dazu, die verschiedenen Proben

<sup>6</sup>Die Vakuumanlage ist eine Spende der Firma AEG.

und neuen Hebelarme in die Anlage einzuschleusen bzw. auch wieder herauszuholen. Beim Einschleusen wird diese Kammer bei etwa  $150^{\circ}\text{C}$  mit Heizschlangen ausgeheizt und mit einer Turbopumpe abgepumpt. Später wird die Turbopumpe durch eine Ionengetterpumpe ersetzt und man erreicht Drücke von ca.  $2 \cdot 10^{-7}$  mbar. Die nächste Kammer beherbergt eine Heizstation mit mehreren Ablageplätzen für die Probenhalter. Ihr Enddruck beträgt etwa  $5 \cdot 10^{-9}$  mbar. Im dritten UHV-Rezipienten befindet sich das Kraftmikroskop mit den Positionier- und Schwingungsdämpfungseinrichtungen sowie weiteren Ablagemöglichkeiten für Proben. Hier kann ein Druck von  $2 \cdot 10^{-9}$  mbar erreicht werden. Über zwei große Sichtfenster kann man die inneren Aufbauten beleuchten und mit Hilfe einer außerhalb angebrachten Stereolupe das Laserinterferometer justieren und den Austausch der Hebelarme und Proben überwachen.

In [50] sind weiterführende Details zum Aufbau des gesamten Systems zu finden.

#### **Probentransfer**

Die einzelnen Probenhalter können, von zwei Greifern an langen Zahnstangenkonstruktionen zwischen den einzelnen Kammern und an die verschiedenen Stationen (Mikroskop, Heizstation und Ablageplätze) transportiert werden. Diese Manipulatoren (siehe Abbildung 3.4) sind, bezogen auf die Greiferlängsachse, sowohl vertikal ( $\pm 7^{\circ}$ ) als auch horizontal ( $\pm 13^{\circ}$ ) verstellbar. Ferner existiert im Inneren der Anlage ein Schienensystem, das von der Einschleuskammer in die Heizkammer reicht. Auf diesem rollt ein Schlitten mit dem man vier Probenhalter gleichzeitig zwischen beiden Kammern austauschen kann. Der Schlitten wird vom y-Manipulator verschoben.

#### **Probenheizung**

An einem Sichtfenster der Heizkammer ist eine Ausheizstation montiert, die die Proben von oben heizt. Hier besteht darüberhinaus die Möglichkeit, die Probe während der Heizphase mit Sauerstoff zu begasen ( $\text{O}_2$ -Partialdruck:  $10^{-2}$  mbar), um auf den Oberflächen vorhandene Adsorbate, wie z. B. Kohlenwasserstoffe, zu entfernen. Die Adsorbate reagieren dabei mit dem angebotenen Sauerstoff zu leicht flüchtigen Verbindungen, die von der Oberfläche wegdiffundieren bzw. vom  $\text{O}_2$ -Strom weitertransportiert und mit der Vakuumpumpe abgepumpt werden. Man kann so die maximale Temperatur, der die Untersuchungsteller ausgesetzt sind, reduzieren. Das ist deshalb wichtig, da z. B. die Curie-Temperatur der verwendeten Piezomaterialien ( $350^{\circ}\text{C}$ ) nicht überschritten werden darf und die Klebeverbindungen ebenfalls nur bedingt thermisch belastbar sind (Detail zum Aufbau der Probenhalter siehe Abschnitt 3.5.4 auf Seite 32).

Weiterhin enthält die Vakuumkammer noch fünf Ablageplätze, unter denen starke Heizlampen montiert sind. Mit diesen Heizstationen können Materialproben bei bis zu  $500^{\circ}\text{C}$  über einen längeren Zeitraum getempert werden. Sie eignen sich jedoch

nicht zur Oberflächenreinigung der Mikroskopieteller, da zum einen die Bestrahlung von unten erfolgt und zum anderen die hohen Temperaturen den relativ komplizierten Aufbau dieser Teller beschädigen können.

In der Meßkammer befindet sich ebenfalls noch eine kleinere Heizstation, deren Nutzen aber beschränkt ist, da hier der gesamte Rezipient samt Kraftmikroskop aufgeheizt wird und man nach der Probenbestrahlung relativ lange warten muß, bis das thermische Driften der Apparatur abgeklungen ist.

### Goldverdampferquelle

In die Einschleuskammer ragt von oben eine im Vakuum betriebene Goldverdampferquelle über die Proben auf dem Transferschlitten. Sie besteht im wesentlichen aus einem Wolframwendel, in dessen Inneren ein Stück Golddraht liegt. Über den Kammerdruck läßt sich der Beginn der Goldverdampfung feststellen und man kann den Abscheidvorgang beeinflussen (zur Anwendung der Goldverdampferquelle siehe Abschnitt 3.5.4 auf Seite 32).

### 3.4.2. UHV-Kraftmikroskop

In der Abbildung 3.5 ist der schematische Aufbau des UHV-Kraftmikroskops dargestellt. Der Rechner steuert über die Rastereinheit den zeilenweisen Abtastvorgang der Probe mit dem Hebelarm und bereitet die Topographiewerte zu einem Bild auf. Die Hebelarmauslenkung wird mit einem glasfaserbasierten Laserinterferometer [39] detektiert und über einen Regler, der die Andruckkraft des Hebelarms konstant hält, an den Meßrechner weitergeleitet, der diese als Topographiesignal der jeweiligen Po-

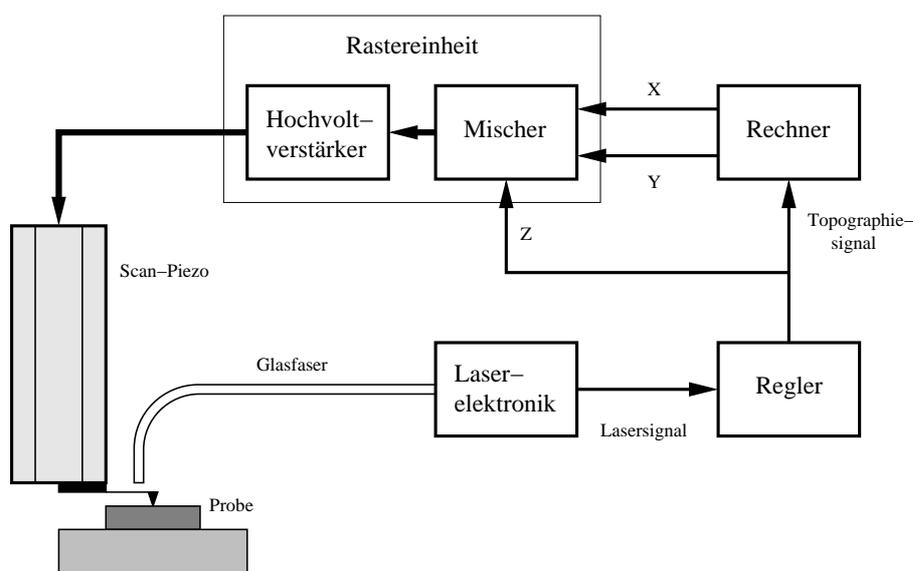
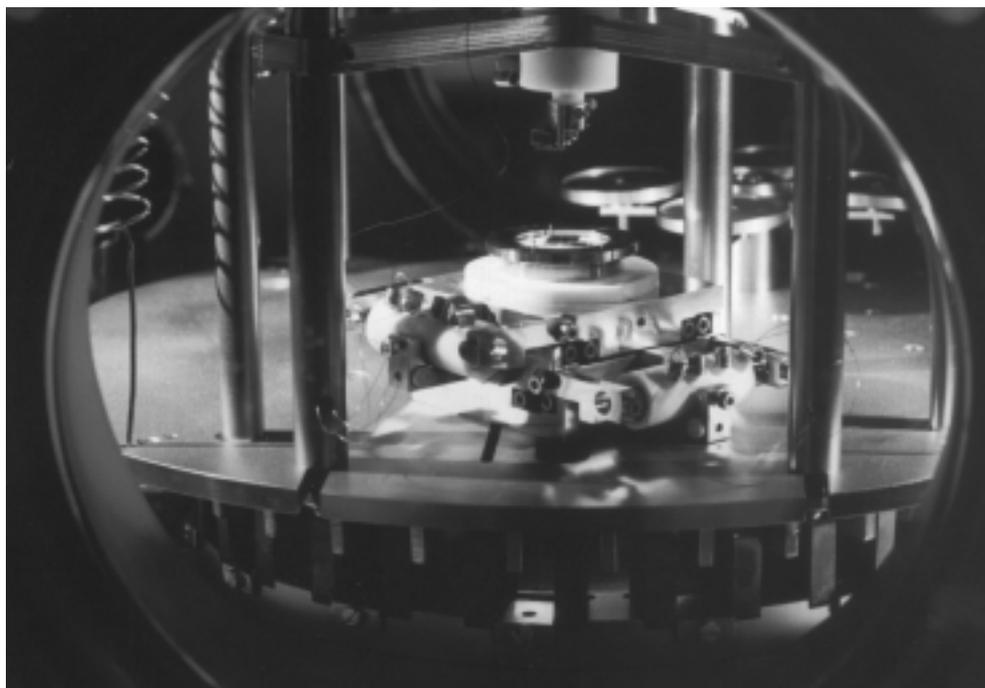


Abbildung 3.5.: Schematischer Aufbau des UHV-Kraftmikroskops.



**Abbildung 3.6.:** Blick ins Innere der Meßkammer: Im Vordergrund befindet sich der xy-Positioniertisch mit seinen Inchworm-Motoren und einem Probenteller. Darüber der komplett nach oben gefahrene Rasterpiezo, an dessen Ende nur noch der Meßkopf zu erkennen ist. Unter der an Federn aufgehängten Grundplatte ist ausschnittsweise das Wirbelstromdämpfungssystem sichtbar. Im Hintergrund sieht man das drehbare Karussell für vier Probenteller.

sition der Tastspitze zuordnet. Die Rastereinheit erzeugt mit einem Mischer und einem Hochvoltverstärker die Spannungen für den Scan-Piezo. Die dazu nötige z-Information erhält sie direkt aus dem Regelkreis.

Das Mikroskop ist auf einer Grundplatte montiert, die durch eine Federaufhängung und eine Wirbelstromdämpfung wirkungsvoll gegen Schwingungen und Erschütterungen der Meßkammer abgeschirmt ist (Abbildung 3.6). Das System ist weitestgehend von der Umgebung mechanisch entkoppelt, da lediglich elektrische Leitungen und eine Glasfaserzuführung zum Betrieb notwendig sind. Der Piezoscanner des Mikroskops wird über einen Inchworm-Antrieb (siehe Abschnitt 3.4.4) an die Probe angenähert. Diese wiederum kann in x- und y-Richtung ebenfalls durch ein Inchworm-System positioniert werden. Auf der Montagegrundplatte befindet sich ferner ein Karussell, auf dem vier Probenteller in unmittelbarer Nähe zum Mikroskop untergebracht werden können.

#### 3.4.3. Schwingungsdämpfung

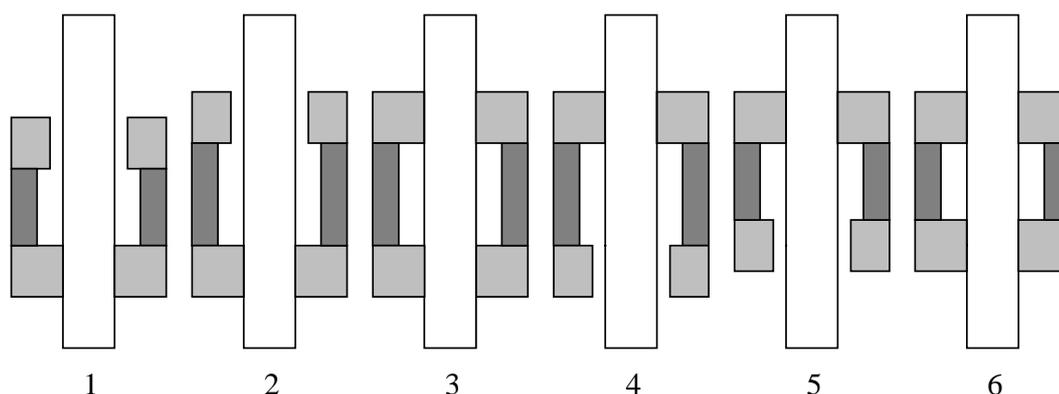
Die aus Edelstahl gefertigten Kammern der Vakuumapparatur leiten akustische Störungen der Umgebung oder Gebäudeschwingungen sehr gut weiter. Um erschüttere-

rungsfreie Messungen mit dem Rasterkraftmikroskop zu ermöglichen, wird das Mikroskop durch ein Federsystem entkoppelt und die verbleibenden Schwingungen der Grundplatte über eine Wirbelstromdämpfung wirkungsvoll reduziert. Hierzu ist die Bodenplatte, auf der das Mikroskop mit seinen Aufbauten ruht, am Flanschdeckel des Rezipienten mit vier einzeln justierbaren Federn aufgehängt. Unterhalb dieser Montageplatte befindet sich ein Kranz aus vergoldeten Kupferblechen, die in einen komplementären Ring aus Kobalt-Samarium-Magneten eintauchen (magnetische Flußdichte zwischen zwei Magneten 0.26 T), der am Boden der Meßkammer befestigt ist. Die Anordnung ist so gewählt, daß die Kupferbleche möglichst gut von den stark inhomogenen Feldern am oberen Rand des Magnetings durchdrungen werden. Jede durch Schwingungen verursachte Bewegung der Kupferplatten induziert in diesen nun Wirbelströme. Es entsteht eine Kraftwechselwirkung zwischen den Magnetfeldern der Wirbelströme und denen der Permanentmagnete, welche die anfängliche Bewegung des Mikroskops effektiv dämpft.

### 3.4.4. Positionierungssysteme

#### Funktionsweise eines Inchworm-Antriebs

Bei einem Inchworm-Antrieb handelt es sich um einen piezoelektrischen Linearschrittmotor, bei dem die Bewegung über eine Abfolge von Klemm- und Dehnungsschritten der Piezos, vergleichbar mit denen einer Raupe, erzeugt wird (siehe Abbildung 3.7). Das System der Halte- und Dehnungspiezos (Läufer) wandert dabei an einem polierten Keramikstab (Stator) entlang. Es werden weder Lager benötigt, noch ist eine Schmierung notwendig. Wegen dieser Eigenschaften ist dieses System für den Einsatz im Ultrahochvakuum prädestiniert.



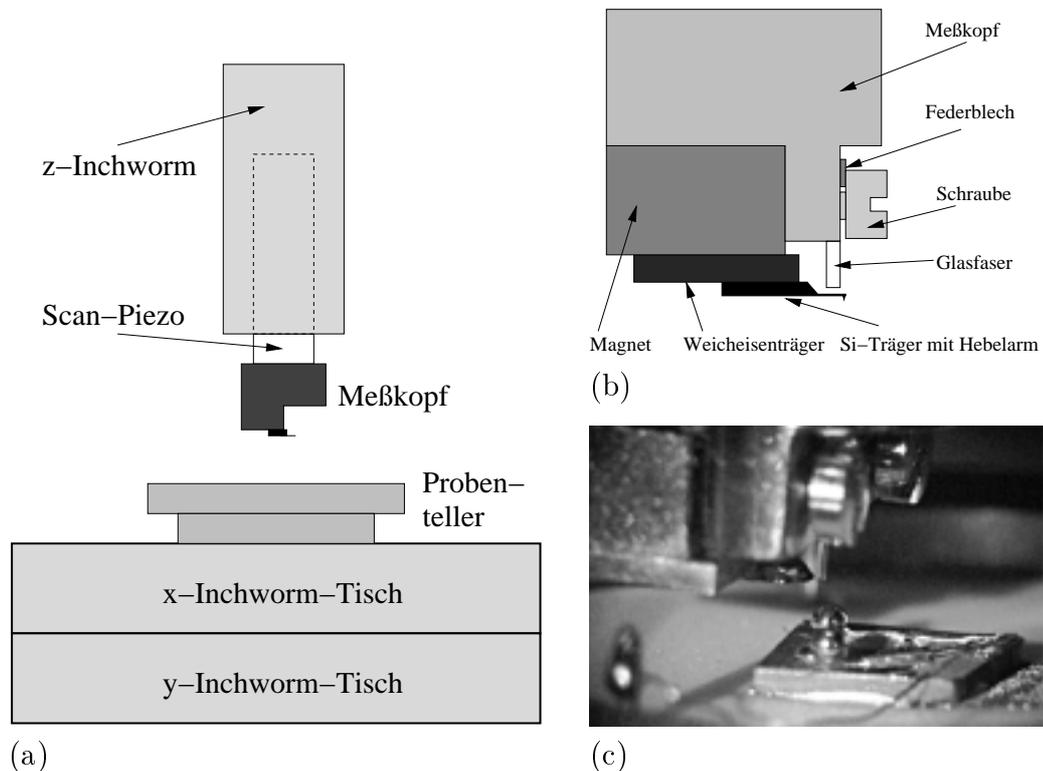
**Abbildung 3.7.:** Funktionsschema eines Inchworm-Motors bei dem der Läufer (grau) an einem Keramikstab (weiß) nach oben wandert: 1. Startposition: unten geklemmt, mittlere Piezos zusammengezogen, oben gelöst; 2. mittlere Piezos ausdehnen; 3. oben klemmen; 4. unten lösen; 5. mittlere Piezos zusammenziehen; 6. unten klemmen, dann wieder zu Schritt 1.

### Grobpositionierung

Der xy-Positioniertisch wird durch zwei Inchworm-Motoren angetrieben und liefert eine minimale Stelldistanz von 4 nm bei einem maximalen Verfahrweg von 10 mm. Die z-Annäherung des Scan-Piezos mit dem Meßkopf an die Probe erfolgt ebenfalls über ein Inchworm-System (Stellweg 20 mm, minimale Schrittweite 1 nm).

### Feinpositionierung

In den z-Antrieb ist ein Viersegment-Rasterpiezo mit einem Rasterbereich von  $43\ \mu\text{m}$  mal  $43\ \mu\text{m}$  und einem z-Hub von  $4.2\ \mu\text{m}$  integriert. Dieser Scan-Piezo tastet mit dem am unteren Ende montierten Meßkopf (vgl. Abbildung 3.8) zeilenförmig die zu untersuchende Oberfläche ab.



**Abbildung 3.8.:** (a) Schema des Positioniersystems. (b) Schematischer Aufbau des Meßkopfs. (c) Meßkopf über einer Probe: Links im Foto erkennt man den Meßkopf mit dem daran befestigten Magneten, von oben ragt die Glasfaser über den Hebelarm (aufgrund seiner geringen Größe ist dieser nicht zu erkennen). Die Glasfaser wird durch eine Phosphorbronzefeder fixiert, die durch zwei Schrauben gehalten wird.

### 3.4.5. Meßkopf

Der aus Edelstahl gefertigte Meßkopf hat zwei Aufgaben: Zum einen dient er zur Führung der Glasfaser des Laserinterferometers, zum anderen ist an ihm ein Permanentmagnet befestigt, der die Trägerplättchen mit den Hebelarmen aufnimmt (vgl. Abbildung 3.8b und 3.8c). Die Glasfaser wird durch eine Phosphorbronzefeder in eine V-Nut gedrückt, wodurch sie nur senkrecht zur Hebelarmlängsachse verschoben werden kann. Um störende elektrische Aufladungen zu verhindern, liegt der Meßkopf mit dem Hebelarm auf dem selben Potential wie die Probe.

### 3.4.6. Umgang mit dem Hebelarm

#### Eigenschaften der verwendeten Hebelarme

Für die Messungen in dieser Arbeit wurden POINTPROBE *Contact Mode* Sensoren<sup>7</sup> mit balkenförmiger Geometrie aus hochdotiertem Silizium verwendet (vgl. Tabelle 3.1). Diese Hebelarme sind auf ihrer Rückseite mit einer 30 nm dicken Aluminiumschicht bedampft, um durch die Erhöhung des Reflexionsgrades die optische Auslenkungdetektion zu verbessern. Die Herstellung des Hebelarms, der Spitze und des Trägers aus einem Silizium-Wafer heraus vermeidet intrinsische Verspannungen des Materials und führt zu einem vergleichsweise geraden Hebelarm.



Abbildung 3.9.: REM-Aufnahme eines Hebelarms.

Die Abbildung 3.9 zeigt den balkenförmigen Hebelarm rechts über das Ende des relativ großen Siliziumträgers hervorragen. Die Meßspitze selbst befindet sich oben auf dem äußersten Ende des Hebelarms und ist auf dem Foto kaum zu erkennen (Abbildung 6.8 auf Seite 85 zeigt die Meßspitzen deutlicher).

<sup>7</sup>Vetrieb: L.O.T.-Oriel GmbH, Im Tiefen See 58, 64293 Darmstadt

	Typischer Wert
Abmessungen [T×B×L]	$2 \times 50 \times 450 \mu\text{m}^3$
Spitzenlänge	$12 \mu\text{m}$
Apexradius der Spitze	$10 \text{ nm}$
Federkonstante	$0.2 \text{ N/m}$
Resonanzfrequenz	$13 \text{ kHz}$
Spezifischer Widerstand	$1.5 \Omega\text{m}$

Tabelle 3.1.: Technische Daten der POINTPROBE-Hebelarme.

#### Reinigung der Tastspitze

Um Adsorbate vom Hebelarm zu entfernen besteht die Möglichkeit, diesen ebenfalls zu heizen. Auf einem Probenhalter wird die Glühwendel einer Lampe mit Anschlußkontakten montiert. Der Wolframwendel wird zum Glühen gebracht und in unmittelbare Nähe der Tastspitze des Hebelarms positioniert.

Ein Laserstrahl kann ebenfalls zur Erhitzung des Hebelarms eingesetzt werden [51, 52]. Die Wellenlänge der Strahlung sollte jedoch so gewählt werden, daß der Strahl vom Material des Hebelarms ausreichend absorbiert werden kann. Herkömmliche Infrarotlaserdioden sind leider weniger gut geeignet, da deren Licht zum größten Teil einen Silizium-Hebelarm durchdringt, bzw. eine metallische Reflexionsbeschichtung auf dessen Oberseite verdampft und ihn so zerstört.

#### Wechsel des Hebelarms

Bei dem hier vorgestellten Reibungsmikroskop kann der Hebelarm gewechselt werden ohne das Vakuum in der Meßkammer zu brechen. Ein neuer Hebelarm, der auf einem Weicheisenplättchen befestigt ist wird mit einem speziellen Transferprobenhalter (siehe Abbildung 3.10) in die Anlage eingeschleust. Der Meßkopf wird dann vorsichtig darüber positioniert, so daß das Weicheisenplättchen vom Permanentmagneten des Meßkopfs gehalten werden kann. Danach wird mit dem Manipulatorhorn des Transfertellers die Glasfaser über den Hebelarmbalken positioniert. Dies geschieht durch Verschieben des Weicheisenplättchens bzw. durch Justage des Abstandes zwischen Glasfaser und Hebelarmoberseite (vgl. auch Abbildung 3.8 auf Seite 24).



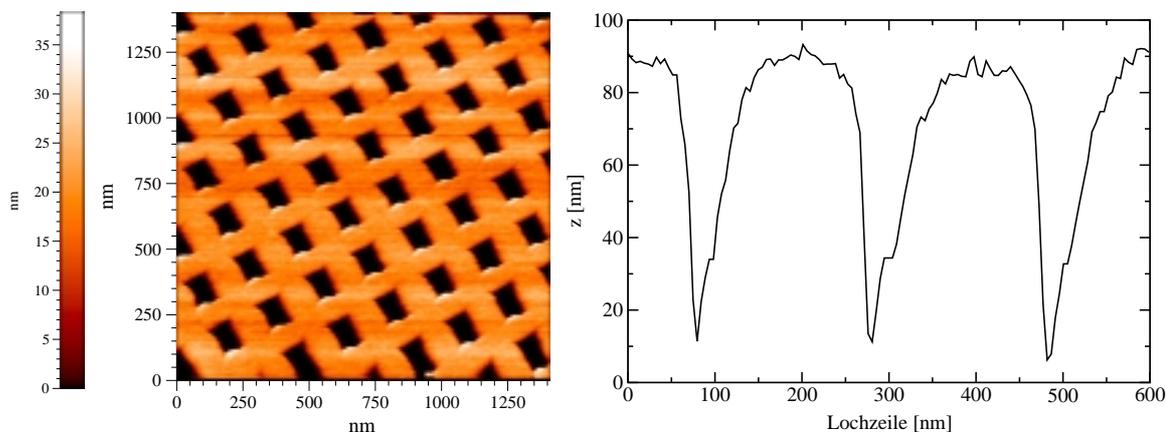
**Abbildung 3.10.:** Transferteller zum Einschleusen des Hebelarms in die Vakuumkammer und zur dortigen Justage.

#### 3.4.7. Kalibrierung des Scan-Piezos

Zur Kalibrierung des Scan-Piezos wurde der *Silicon Calibration Standard 1* von Nanosensors<sup>8</sup> verwendet. Dieser besteht aus einer zweidimensionalen Anordnung von pyramidenförmigen Löchern, die aus einem Silizium-Wafer mit (100)-Orientierung herausgeätzt wurden. Die Pyramiden haben eine Tiefe von 70 nm und einer Basiskantenlänge von 100 nm, so daß der Winkel zwischen Pyramidenbasis und einer

---

<sup>8</sup>Vertrieb: L.O.T.-Oriel GmbH, Im Tiefen See 58, 64293 Darmstadt



**Abbildung 3.11.:** Topographie (links) und Schnitt durch eine Zeile der pyramidenförmigen Löcher (rechts) der Kalibrationsprobe.

Seitenfläche dem Winkel zwischen den (100)–Ebenen und den (111)–Ebenen im Siliziumkristall von  $54.74^\circ$  entspricht. Von Spitze zu Spitze liegen die Pyramiden  $200\text{ nm}$  auseinander (vgl. Abbildung 3.11). Betrachtet man einen Unterbereich von  $5 \times 5\ \mu\text{m}^2$ , so weichen die Positionen der Vertiefungen von der idealen Gitteranordnung um weniger als  $5\text{ nm}$  ab. Auf einer Fläche von  $500 \times 500\ \mu\text{m}^2$  beträgt die Abweichung  $30\text{ nm}$ .

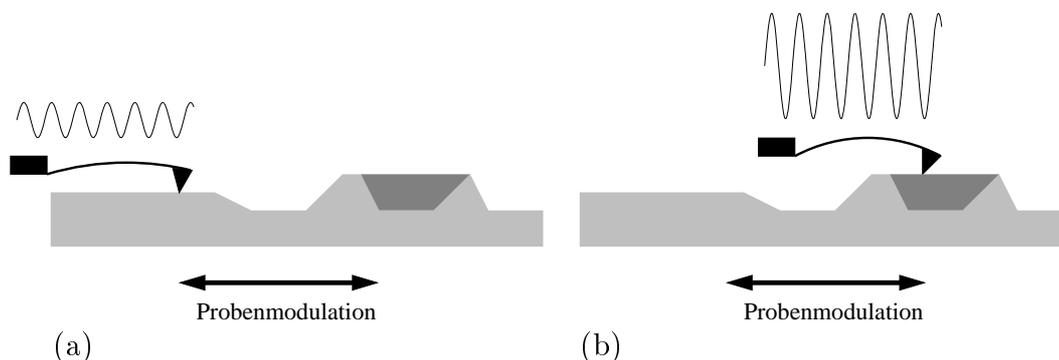
## 3.5. Erweiterung des UHV–Kraftmikroskops zum Modulations–Reibungsmikroskop

### 3.5.1. Modulations–Reibungsmikroskopie

Neben verschiedenen Modulationsverfahren in der Rasterkraftmikroskopie wurde in unserer Arbeitsgruppe die Modulations–Reibungsmikroskopie [1, 3] entwickelt und in Folge auch von anderen in zunehmendem Maße eingesetzt (u. a. [53, 54]).

#### Meßprinzip

Der zeilenweise Abtastvorgang einer Probenoberfläche mit Hilfe eines Kraftmikroskops ruft statische, durch die Topographie induzierte Normalenauslenkungen des Hebelarms hervor. Regt man nun zusätzlich die Probe zu Schwingungen fester Frequenz entlang der Hebelarmlängsachse an, so werden dem Hebelarm über den Reibungskontakt mit der Tastspitze außerdem Biegeschwingungen aufgeprägt (Abbildung 3.12). Mißt man die Auslenkung des Hebelarms, so enthält das Detektorsignal ebenfalls Anteile der Biegeschwingung (typische Amplitude der Biegeschwingung  $\sim 1\text{ nm}$ ).



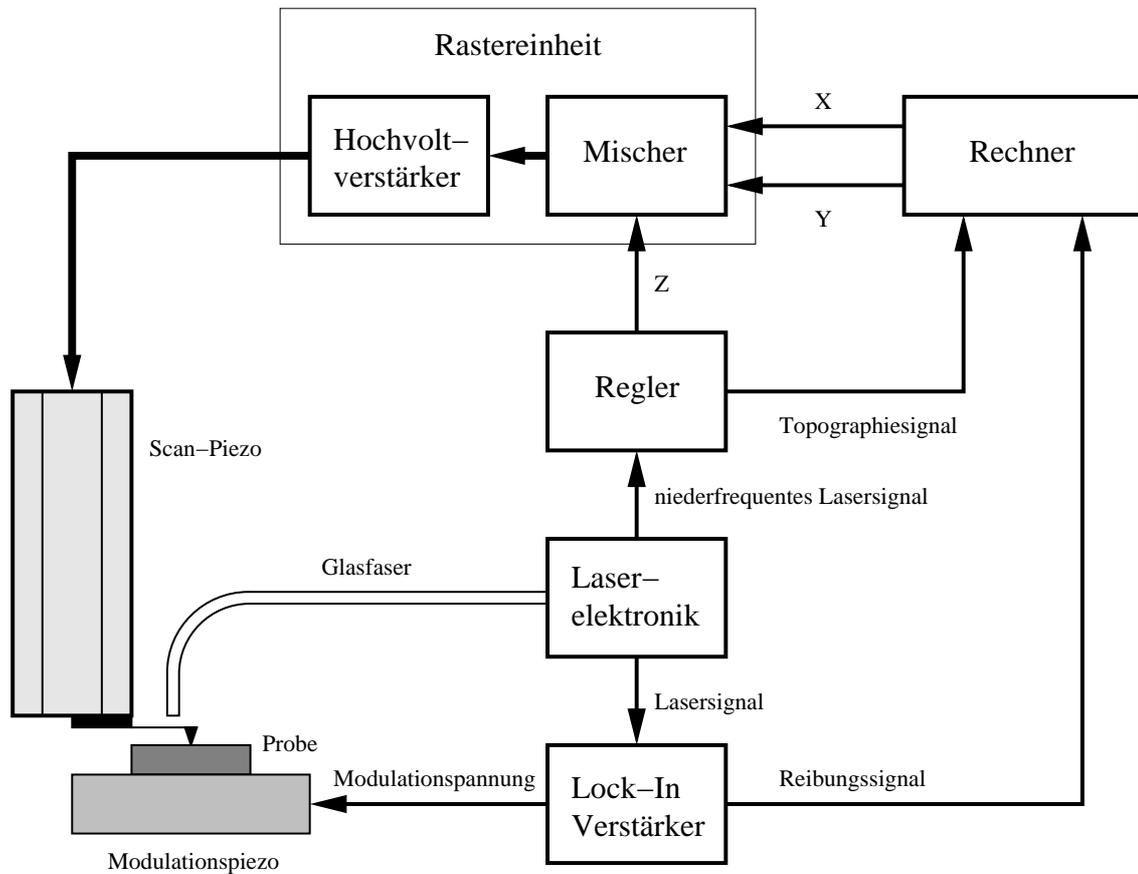
**Abbildung 3.12.:** Modulations-Reibungsmikroskopie: Bestimmung der Topographie aus der Normalenauslenkung und des Reibungsbildes aus der Biegeschwingung des Hebelarms. (a) Messung auf einem Bereich mit niedriger Reibung, (b) Messung auf einem Bereich mit hoher Reibung.

### Realisation

Die Biegeschwingungen des Hebelarms werden mit Hilfe der Lock-In-Technik ausgekoppelt, so daß simultan zu den niederfrequenten Anteilen der Höheninformation die höherfrequenten Wechselwirkungen am Reibungskontakt untersucht werden können. Man erweitert dazu die elektronischen Komponenten eines Kraftmikroskops um einen Lock-In-Verstärker, dessen Referenzsignal über die Modulationsfrequenz der Probe vorgegeben wird. Dieser dynamischen Meßmodus erlaubt das Signal-Rausch-Verhältnis auf Grund der Lock-In-Technik entscheidend zu verbessern und die Nachteile der in Abschnitt 3.3.3 beschriebenen Differenzmethode weitgehend zu vermeiden. Diese Arbeit richtet ihr Augenmerk speziell auf Modulationen mit der Biegeresonanzfrequenz des Hebelarms, um die Empfindlichkeit der Messungen zu erhöhen.

In der Abbildung 3.13 ist der schematische Aufbau des modifizierten Kraftmikroskops dargestellt, bei dem die Hebelarmauslenkung mit einem glasfaserbasierten Laserinterferometer detektiert wird. Der Rechner dient zur Ansteuerung der Rastereinheit und zur Bildaufnahme. Er erhält aus der Regelelektronik, die die Andruckkraft des Hebelarms konstant hält, die Topographieinformationen und bekommt vom Lock-In-Verstärker das Reibungssignal geliefert. Der Lock-In-Verstärker ist ebenfalls dafür zuständig, den Modulationspiezo, der unter der Probe montiert ist, mit seiner Referenzfrequenz anzusteuern. Die Rastereinheit erzeugt mit einem Mischer und einem Hochvoltverstärker die Spannungen für den Scan-Piezo.

Die Modulationsfrequenz der Probe (einige 10 kHz) sollte deutlich über der Zeilenfrequenz der Abtastbewegung von etwa einer Zeile pro Sekunde liegen. Die Modulationsamplitude der Probe darf nicht größer als der Abstand zweier benachbarter Meßpunkte sein, da sonst die Auflösung in Scan-Richtung unnötig eingeschränkt wird. Bei einer typischen Bildbreite von etwa  $5\ \mu\text{m}$  und 300 Datenpunkten pro Zeile wird mit einer maximalen Modulationsamplitude von 15 nm diese Bedingung gut erfüllt.



**Abbildung 3.13.:** Schematischer Aufbau des hier verwendeten Modulations-Reibungsmikroskops (vgl. auch Abbildung 3.5 auf Seite 21).

### Entstehung der Biegeschwingungen

Anhand der Biegeschwingung lassen sich Rückschlüsse auf die Art der Wechselwirkung am Reibungskontakt zwischen Tastspitze und Probenoberfläche ziehen. Allgemein läßt sich sagen, daß bei einer besseren Kopplung zwischen Probe und Hebelarm, beispielsweise durch eine höhere Haftreibung, auch größere Amplituden der Biegeschwingung angeregt werden (Abbildung 3.12). Ferner erhält man durch Messung der Biegeresonanz Informationen über die Reibungsverluste am Punktkontakt, die sich in der Dämpfung dieser Resonanzkurve widerspiegeln. Man benötigt hierzu Kenntnisse über das grundlegende statische und dynamische Verhalten der verwendeten Hebelarme (Abschnitt 3.6 auf Seite 34). Berücksichtigt man die verschiedenen Faktoren der Biegeschwingung (Amplitude, Frequenz, Güte usw.), so kann versucht werden, die Probenoberflächen anhand ihrer Materialeigenschaften zu charakterisieren (siehe Kapitel 5).

Bei Messungen, die anstelle der Probenmodulation den Hebelarm über dessen Basis anregen, zeigte sich, daß die resultierende Spitze/Probe-Wechselwirkung eine Lateral- und Normalenkomponente aufweist, wodurch eine Trennung der Anteile erschwert wird [30, 55, 56]. Bei der Modulation der Probe kann die Normalenkomponente hingegen vernachlässigt werden, wenn die Oberfläche sehr glatt ist (näheres in Abschnitt 5.1 auf Seite 54), also keine z-Komponente beinhaltet. Neben Biegeschwingungen lassen sich auch Torsionsmoden des Hebelarms ausnutzen [54], die durch eine Probenmodulation senkrecht zur Hebelarmlängsachse angeregt werden. Die Torsionsschwingungen weisen jedoch eine deutlich geringere Amplitude auf als die Biegeschwingungen, da zur Verwindung des Hebelarms in der Regel wesentlich höhere Kräfte nötig sind.

#### 3.5.2. Position der Glasfaser

Mit dem Laserinterferometer gilt es die Normalen- und Biegeschwingungen des Hebelarms zu detektieren. Die Position der Glasfaser des Laserinterferometers hat erheblichen Einfluß auf die Amplitude und Zusammensetzung des Meßsignals. Verschiebt man die Glasfaser direkt über das freie Ende des Hebelarms, so sind die Biegeschwingung praktisch nicht zu detektieren und man erhält lediglich die Normalenauslenkungen. Im Gegensatz dazu erhält man bei einer Glasfaserposition über der Hebelarmmitte das günstigste Signal-Rausch-Verhältnis bei der Messung der Schwingungsamplitude (und damit der Lateralkraft), da diese dort am größten ist. Ein guter Kompromiß zur Messung von Topographie und Reibungssignal stellt eine Positionierung des Faserendes im vorderen Drittel des Hebelarms dar.

Wenn die Modulation der Probe nicht exakt parallel zur Hebelarmlängsachse erfolgt, treten zusätzlich aufgrund der an die Spitze angreifenden Lateralkräfte Torsionsschwingungen im Hebelarm auf. Im Gegensatz zur Auslenkungsdetektion mit einer Fotodiode sind in unserem Fall kaum Störungen zu erwarten, da bei einer Torsion des Hebelarms der Laserstrahl an der Eintrittsöffnung der Glasfaser zum größten Teil vorbei reflektiert wird. Ferner justiert man die Faser zentral bezüglich der Hebelarmbreite, um ein möglichst starkes Lasersignal zu erhalten und gleichzeitig unempfindlicher gegen Torsionseinflüsse zu werden.

#### 3.5.3. Wichtige Probenmaterialien

Die in dieser Arbeit hauptsächlich verwendeten Proben, hochorientierter pyrolitischer Graphit (HOPG<sup>9</sup>) und Molybdändisulfid, sind Schichtkristalle. Sie bestehen aus kovalent gebundenen Lagen, die wiederum über schwache Van der Waals-Kräfte verbunden sind. Aufgrund dieser Struktur sind sie leicht durch Abziehen von Schichten atomar flach zu präparieren. Im makroskopischen Bereich weisen diese Materialien

---

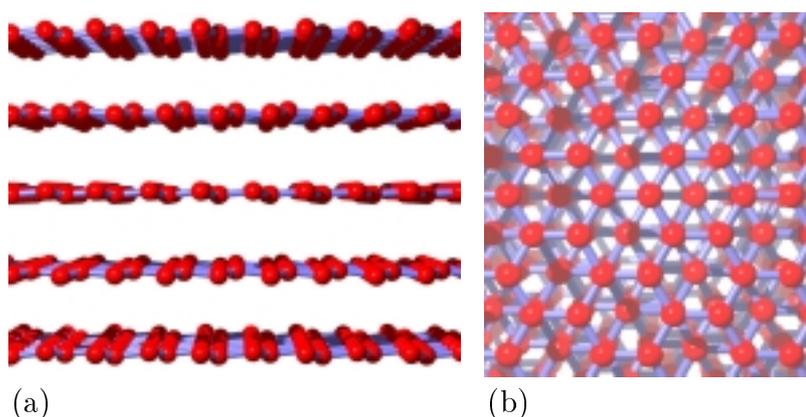
<sup>9</sup>Highly Oriented Pyrolytic Graphite

geringe Reibungswerte auf [17, 57, 58], so daß diese deshalb vorwiegend als Trockenschmiermittel eingesetzt werden. Der Schmiereffekt beruht dabei zum Teil auf dem leichten Gleiten der einzelnen Schichten aufeinander. Die im atomaren Maßstab ebenfalls geringen Reibungswerte [23, 1, 59] lassen Graphit und Molybdändisulfid für weitere Untersuchungen mit der Modulations-Reibungsmikroskopie geeignet erscheinen. Ferner sind deren Oberflächen chemisch weitgehend inert, relativ gut leitend und weisen im Vakuum bei den hier verwendeten Drücken eine Wiederbedeckungszeit von mehreren Tagen auf<sup>10</sup>.

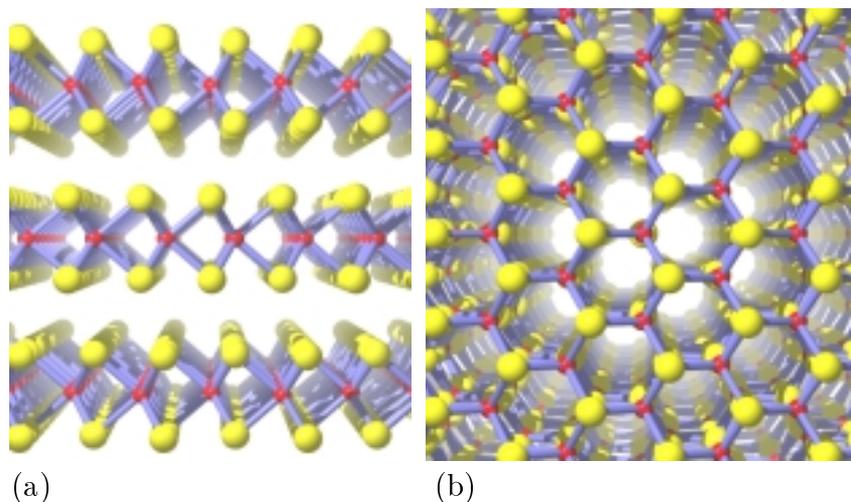
#### Kristallstruktur von Graphit

Natürlich vorkommende Graphitkristalle sind nur in seltenen Fällen wenige Millimeter groß, so daß für Oberflächenuntersuchungen in der Rastersondenmikroskopie leichter handhabbare HOPG-Stücke eingesetzt werden. HOPG wird durch thermische Zersetzung von Hydrocarbonaten (Methan, Propan) hergestellt [60]. HOPG-Kristalle mit einer Gitterkonstante von  $2.456 \text{ \AA}$  sind aus übereinander gestapelten Lagen hexagonaler Graphitnetze mit einem Abstand von  $3.348 \text{ \AA}$  aufgebaut [61, 62, 63], so daß sich eine Stapelfolge ABABAB... ( $\alpha$ -Graphit) ergibt. Eine zweite rhomboedrische Form des Graphits ( $\beta$ -Graphit) mit der Stapelfolge ABCABC... macht einen Anteil von 10% – 15% im natürlichen Graphit aus. Die einzelnen Netzlagen sind durch schwache Van der Waals-Kräfte miteinander verbunden, womit sich die leichte Spaltbarkeit und die Weichheit des Materials erklären läßt. Die Sechsecke in den Schichten werden durch kovalente  $sp^2$ -Hybridbindungen gebildet. Die Seitenlänge der einzelnen Waben beträgt  $1.418 \text{ \AA}$ , wobei die Kohlenstoffatome um  $0.15 \text{ \AA}$  zueinander in der Höhe versetzt sind (siehe Abbildung 3.14a).

<sup>10</sup>Die Wiederbedeckungszeiten von HOPG-Oberflächen für eine Adsorbatmonolage betragen an Luft einige Stunden und im Vakuum mehrere Tage bis Wochen.



**Abbildung 3.14.:** Seitenansicht (a) und Draufsicht (b) eines HOPG-Kristalls.



**Abbildung 3.15.:** Seitenansicht (a) und Draufsicht (b) eines  $\text{MoS}_2$ -Kristalls.

### Kristallstruktur von Molybdändisulfid

Molybdändisulfid  $\text{MoS}_2$  ist eine aus Lagen bestehende Verbindung, die aus einzelnen S–Mo–S Stapeln aufgebaut ist [64, 65]. Jeder dieser Stapel besteht aus zwei hexagonalen Schwefelebenen mit einer dazwischen befindlichen Schicht eines ebenfalls hexagonalen Molybdängitters (Abbildung 3.15). Ähnlich wie Graphit sind die S–Mo–S Lagen durch Van der Waals–Kräfte miteinander verbunden. Die Schwefellagen sind in einem Abstand von  $1.59 \text{ \AA}$  zur Molybdänschicht angeordnet, die wiederum einen Abstand von  $6.15 \text{ \AA}$  zueinander haben. Betrachtet man die S–Mo–S Stapel in der Draufsicht, so sind die einzelnen Molybdänatome  $3.16 \text{ \AA}$  (waagrechter Abstand in Abbildung 3.15b) bzw.  $5.47 \text{ \AA}$  (senkrechter Abstand) voneinander entfernt. Die S–Mo–S Schichten im  $\text{MoS}_2$  Kristall sind abwechselnd um  $180^\circ$  gedreht, d. h. die Schwefelatome weisen je nach Schicht eine unterschiedliche Vorzugsneigung in die jeweils andere Richtung auf (Abbildung 3.15a).

In der Regel verwendet man geologisch vorkommende  $\text{MoS}_2$ -Kristalle<sup>11</sup> für die Untersuchungen, die eine Größe von ein bis zwei Zentimeter aufweisen.

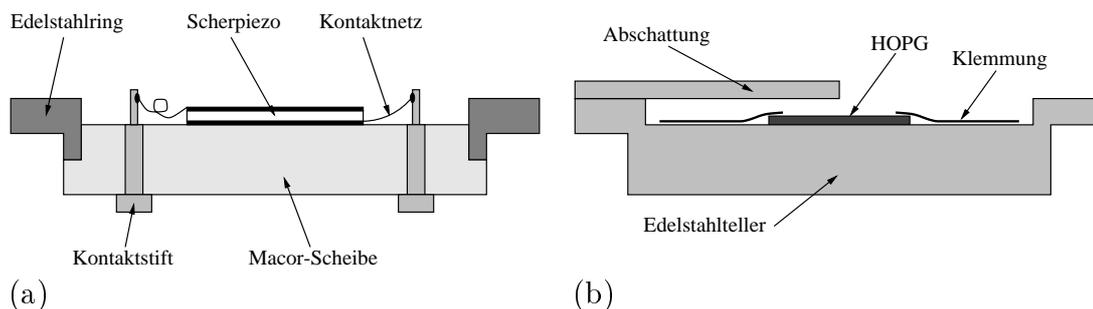
### 3.5.4. Präparation und Aufbau der Proben

#### Aufbau der Probenhalter mit verschiedenen Proben

Im Edelstahlring des Probenhalters ist eine isolierende Macor-Scheibe<sup>12</sup> eingelassen, in der sich drei vergoldete Kontaktbuchsen für die elektrischen Anschlüsse befinden.

<sup>11</sup>Die  $\text{MoS}_2$ -Kristalle sind vom *Royal Ontario Museum*, 100 Queens Park, Toronto (Ontario, Canada) zur Verfügung gestellt worden.

<sup>12</sup>Macor ist ein Keramikmaterial, das sich mit herkömmlichen, feinmechanischen Verfahren bearbeiten lässt.



**Abbildung 3.16.:** Schnitt durch einen Probesteller mit Modulationspiezo (a) und den Bedampfungsteller (b).

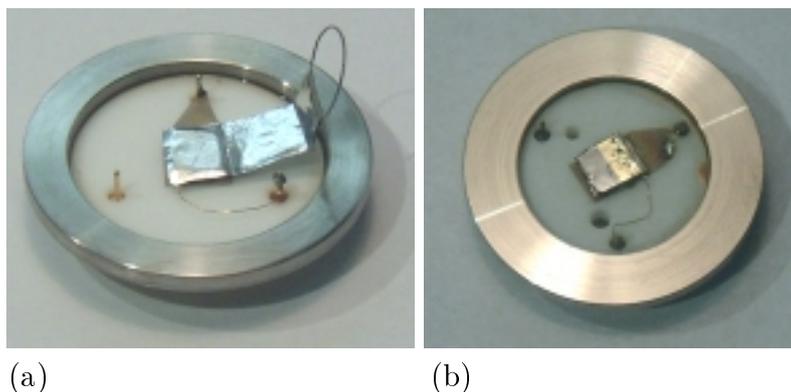
den (vgl. Abbildung 3.16a). Auf der Oberseite der Macor-Scheibe ist in der Mitte ein Scherpiezo auf einem feinmaschigen Phosphorbronzenetz kontaktiert, welches an einen der Kontaktstifte gelötet ist. Die Piezokontaktierung erfolgt auf der Unterseite an dem Phosphorbronzenetz mit UHV-festem leitendem Epoxydharzkleber und auf der Oberseite mittels eines feinen Golddrahtes von einem weiteren Kontaktstift aus. Auf den Scherpiezo, der die laterale Modulationsbewegung ausführt, können nun die verschiedenen Proben befestigt werden. Bei leitenden Proben lassen sich störende statische Aufladungen dadurch vermeiden, daß die Oberseite des Piezos und der Hebelarm auf das selbe Potential gelegt werden. Die Probe wird so ausgerichtet in das Mikroskop eingebaut, daß die Oszillationen des Modulationspiezos parallel zur Hebelarm-längsachse erfolgen (zwecks Anregung der Biegeschwingungen).

#### Präparation von HOPG-Proben

Ein etwa  $5 \times 5 \text{ mm}^2$  großes Stück HOPG wird auf den vorher kontaktierten Scherpiezo befestigt. Zusätzlich klebt ein Aluminiumfoliestreifen, an dessen Ende eine Drahtlasche sitzt, auf dem Graphitstück (Abbildung 3.17a). Diese Konstruktion erlaubt es, das HOPG *in situ* im Vakuum zu spalten, indem man einfach den Alustreifen mit einem Greifarm abzieht. Dabei bleiben ein paar Lagen des Kohlenstoffs am Klebstofffilm des Aluminiumstreifens haften und es wird eine HOPG-Oberfläche ohne Verunreinigungen und Adsorbate freigelegt.

#### Präparation einer Goldschicht auf HOPG

Ein kleines HOPG-Stück wird in der Vertiefung eines Edelstahlstellers fixiert und zur Hälfte von einem Stahlplättchen abgeschattet. Die Abschattung befindet sich in einem Abstand von 1 mm über der Graphitoberfläche, um einen Übergangsbereich von HOPG nach Gold bei der Beschichtung zu erhalten (vgl. Abbildung 3.16b). Der so gefertigte Probesteller wird in die Transferkammer der Vakuumanlage eingeschleust und dort mit der Goldverdampferquelle beschichtet (siehe Abschnitt 3.4.1 auf Seite 21). Danach tempert man den Stahlsteller in der Heizkammer für 30 h bis 40 h bei



**Abbildung 3.17.:** Teller mit verschiedenen Proben: (a) Probenhalter mit einem abgeklebten HOPG-Stück, (b) Probenhalter mit einem zur Hälfte goldbeschichteten HOPG-Stück.

ca. 500°C, um Unebenheiten in der Goldschicht auszuheilen. Am Ende dieser Prozedur schleust man das HOPG-Stück wieder aus der Anlage aus und befestigt es ebenso wie im vorherigen Abschnitt beschrieben auf einen Probenhalter mit Modulationspiezo (Abbildung 3.17b).

#### **Präparation von MoS<sub>2</sub>-Proben**

Die in der Natur vorkommenden Molybdändisulfidkristalle bestehen aus einzelnen Schichten von S-Mo-S Stapeln (vgl. Abschnitt 3.5.3), so daß es sich ebenso wie HOPG gut spalten und abziehen läßt. Die Proben werden analog zu den oben beschriebenen HOPG-Proben präpariert. Es genügt meist jedoch, das MoS<sub>2</sub> kurzfristig vor dem Einschleusen in den Rezipienten abzuziehen, da es wie das Graphit eine Van der Waals-Oberfläche mit relativ langen Wiederbelegungszeiten besitzt (einige Stunden bei Normaldruck).

## **3.6. Statische und dynamische Eigenschaften von Mikrohebelarmen**

Als Kraftaufnehmer in der Rastersondenmikroskopie dienen heute hauptsächlich lithographisch hergestellte Mikrohebelarme aus Silizium (Si), Siliziumnitrit (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) oder Siliziumdioxid (SiO<sub>2</sub>). Typischerweise besitzen die Hebelarme Längen zwischen 100 µm und 500 µm, Breiten im Bereich von 10 µm bis 40 µm und Dicken von 0.3 µm bis 5 µm. Es lassen sich so Federkonstanten von 0.1 N/m bis 50 N/m erreichen. Am freien Ende des Hebelarms befindet sich eine pyramiden- oder kegelförmige Tastspitze aus dem Hebelarmmaterial, die zwischen 2 µm und 15 µm hoch ist und deren Verrundungsradien von 5 nm bis 50 nm schwanken. Neben den rechteckigen, balkenförmigen Hebelarmen wird auch oft eine zum freien Ende zulaufende V-Form eingesetzt, die im

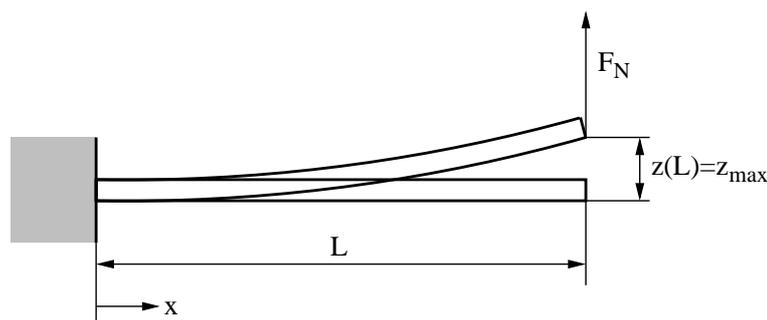


Abbildung 3.18.: Hebelarm als schwingender Balken.

Rahmen dieser Arbeit nicht näher betrachtet wurde, da V-förmige Hebelarme durch ihr komplexes Frequenzverhalten schwieriger zu beherrschen sind. So weisen z. B. die einzelnen Äste geringe Unterschiede in ihrer Resonanzfrequenz auf.

Externe statische oder periodische Kräfte, die an der Hebelarmspitze angreifen, führen zu Verformungen und Verbiegungen des Hebelarms in Abhängigkeit seiner Geometrie und der Richtung der Kräfte (Normalenauslenkung, Biege- und Torsionsmoden). Die Federeigenschaften des Hebelarms setzen die an seiner Spitze angreifenden Kräfte in Abstandsinformationen um. Die Messung der Auslenkungen erlaubt die Berechnung der angreifenden Kräfte, wenn die Federkonstanten des Hebelarms bekannt sind. Die Empfindlichkeit der Ausleseapparatur ist der begrenzende Faktor der Meßanordnung, deshalb hängt die Kraftempfindlichkeit im wesentlichen von der Federkonstante des Hebelarms ab (Abschnitt 3.6.1). Für statische bzw. quasistatische Messungen, bei denen die Anregungsfrequenz klein gegenüber der Resonanzfrequenz des Hebelarms ist, genügt die Auslenkungsdetektion über die Federkonstante. Will man jedoch höhere Empfindlichkeiten erreichen, so empfiehlt es sich den Hebelarm in der Nähe seiner Resonanzfrequenz anzuregen. Hierzu werden im folgenden die dynamischen Eigenschaften des Hebelarms betrachtet, wobei nur die für die weiteren Messungen wichtigen Normalen- und Biegeschwingungen untersucht werden (Abschnitt 3.6.2 und Abschnitt 3.6.3).

### 3.6.1. Federkonstante und statische Auslenkung

#### Normalmode

Man betrachtet einen Hebelarm der Länge  $L$ , der auf einer Seite fest eingespannt ist und am freien Ende durch eine Normalkraft  $F_N$  auf  $z_{\max}$  ausgelenkt wird (Abbildung 3.18). Die Verbiegung  $z(x)$  läßt sich durch eine zeitunabhängige Differentialgleichung beschreiben, die aus dem Hookschen Gesetz und geometrischen Überlegungen

hergeleitet werden kann (siehe Anhang A.1):

$$\frac{d^2 z}{dx^2} = \frac{M}{E I_y} . \quad (3.2)$$

Hierbei ist  $E$  das Elastizitätsmodul des Hebelarmmaterials und  $I_y$  das Flächenträgheitsmoment für balkenförmige Hebelarme mit rechteckigem Querschnitt<sup>13</sup> (Länge  $L$ , Breite  $b$ , Höhe  $h$ , Masse  $m_0$ ):

$$I_y = \frac{b \cdot h^3}{12} . \quad (3.3)$$

Mit dem Drehmoment

$$M(x) = F_N \cdot (L - x) \quad (3.4)$$

und den Randbedingungen  $z(0) = z'(0) = 0$  ergibt sich die Biegelinie

$$z(x) = \frac{F_N}{6 E I_y} x^2 (3 L - x) , \quad (3.5)$$

mit der sich die ortsabhängige Federkonstante  $k_N(x)$  definieren läßt:

$$k_N(x) = \left| \frac{F_N}{z(x)} \right| = 3 \frac{E I_y}{x^2 (3 L - x)} . \quad (3.6)$$

Für das freie Ende des Hebelarms, welches dem Ort der maximalen Auslenkung entspricht, lautet die Federkonstante  $k_N^0$  der Normalmode dann

$$k_N^0 = 3 \frac{E I_y}{L^3} . \quad (3.7)$$

In der Praxis wird man aber nicht direkt am Ende des Hebelarms messen (vgl. Abschnitt 3.5.2 auf Seite 30), um gleichzeitig auch Anteile der Biegeschwingung zu detektieren. Man muß die Federkonstante entsprechend der Position des Auslenkungsdetektors anpassen, um die Normalenkräfte korrekt bestimmen zu können.

### Biegemode

Bei geringen Verbiegungen ist es zweckmäßig, den Hebelarm durch eine Parabel der Form

$$z(x) = a \cdot x (x - L) \quad (3.8)$$

zu approximieren und die Randbedingungen

$$z(0) = z(L) = 0 \quad \text{und} \quad z'(L) = \tan \left( \frac{\Delta x}{L_s} \right) \approx \frac{\Delta x}{L_s} \quad (3.9)$$

---

<sup>13</sup>Für balkenförmige Hebelarme mit unterschiedlichem Querschnitt genügt es, das Flächenträgheitsmoment  $I_y$  entsprechend anzupassen.

zu wählen. Eine laterale Kraft  $F_L$ , die an der Hebelarmspitze der Länge<sup>14</sup>  $L_s$  angreift und eine laterale Verschiebung der Spitze  $\Delta x$  auslöst, verursacht die Hebelarmverbiegung. Für den Parameter  $a$  aus der Gleichung (3.8) erhält man damit

$$a = \frac{\Delta x}{L L_s} . \quad (3.10)$$

Setzt man nun das am Hebelarmende angreifende Drehmoment

$$M = -F_L L_s \quad (3.11)$$

und die Gleichung (3.8) in die Differentialgleichung (3.2) ein, so läßt sich mit der Beziehung (3.10) die Verschiebung  $\Delta x$  schreiben als

$$\Delta x = -\frac{L L_s^2}{2 E I_y} F_L . \quad (3.12)$$

Dies führt zur eigentlich interessierenden Federkonstante  $k_L(x)$ , die den Zusammenhang zwischen Lateralkraft  $F_L$  und der Auslenkung  $z(x)$  des Hebelarms herstellt:

$$k_L(x) = \left| \frac{F_L}{z(x)} \right| = \frac{2 E I_y}{L_s \cdot x (x - L)} . \quad (3.13)$$

Am Ort der maximalen Auslenkung, der Hebelarmmitte  $x = L/2$ , ergibt sich dann

$$k_L^0 = k_L(L/2) = \left| \frac{F_L}{z(L/2)} \right| = \frac{8 E I_y}{L^2 L_s} . \quad (3.14)$$

Ein Vergleich mit der Federkonstante für die Normalenauslenkung (Gleichung (3.7)) resultiert in

$$k_L^0 = \frac{8}{3} \frac{L}{L_s} k_N^0 . \quad (3.15)$$

Es sind demnach für kleine Auslenkungen im Biegemodus relativ große Kräfte von Nöten. Betrachtet man z. B. einen Hebelarm der Länge  $L = 450 \mu\text{m}$  und einer Spitzenhöhe von  $L_s = 12 \mu\text{m}$  folgt ein Verhältnis der Federkonstanten  $k_L^0/k_N^0 = 100$ .

Aufgrund der nicht exakt bekannten Ausmaße eines Hebelarms (vor allem die Spitzenlänge wird z. T. vom Hersteller mit bis zu 50 % Fehler angeben), ist die Bestimmung der Lateralkraft problematisch. Zwar kann der Hebelarm aufwendig vor bzw. nach einer Untersuchung vermessen werden, jedoch besteht die Möglichkeit, daß er sich auch während einer Untersuchung z. B. durch Abnutzungserscheinungen verändert.

Wie einige Arbeiten zeigen (z. B. [66]), darf außerdem die Form der Rasterspitze nicht vernachlässigt werden, um Lateralkräfte ohne signifikante Fehler berechnen zu können. Besonders dünne Spitzen besitzen selbst eine Federkonstanten in der gleichen Größenordnung wie die Federkonstante des Hebelarms.

<sup>14</sup>Die Spitzenlänge wird von der neutralen Faser des balkenförmigen Hebelarms gemessen.

### 3.6.2. Resonanzfrequenzen

Zur Berechnung der Resonanzfrequenzen faßt man den Hebelarm als einen beidseitig unterstützten, schwingenden Balken auf und beschreibt ihn mit der Euler-Bernoulli-Differentialgleichung (siehe z. B. [67])

$$E I_y \frac{\partial^4 u(x, t)}{\partial x^4} = -\mu_0 \frac{\partial^2 u(x, t)}{\partial t^2} . \quad (3.16)$$

Hierbei ist  $E$  das Elastizitätsmodul,  $\mu_0$  die Masse pro Einheitslänge  $\mu_0 = m_0/L = \rho_0 \cdot b \cdot h$  mit der Dichte  $\rho_0$  und  $I_y$  das Flächenträgheitsmoment aus der Beziehung (3.3). Die Differentialgleichung (3.16) kann mit einem Separationsansatz der Form

$$u(x, t) = z(x) \cdot T(t) \quad (3.17)$$

gelöst werden. Bei den Normalenschwingungen (siehe Abbildung 3.19) des Hebelarms gelten folgende Randbedingungen:

$$z(0) = 0 \quad \text{und} \quad z'(0) = 0 , \quad (3.18)$$

$$z''(L) = 0 \quad \text{und} \quad z'''(L) = 0 . \quad (3.19)$$

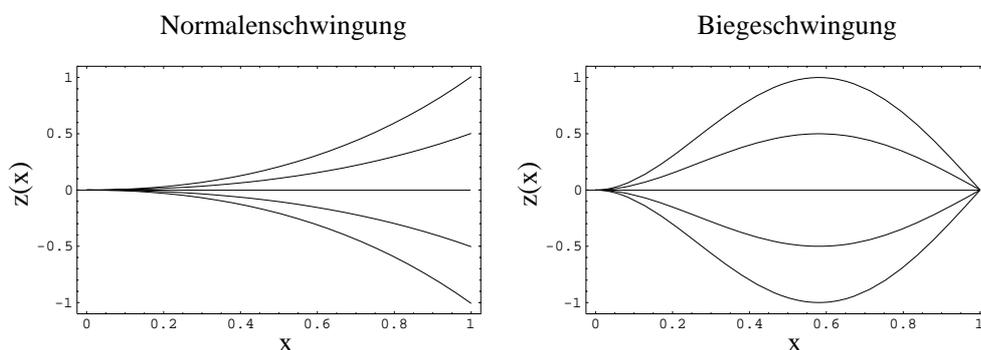
Die Randbedingungen der Biegeschwingung (Abbildung 3.19) werden nun entsprechend den Verhältnissen gewählt, die bei einer Probenmodulation zu erwarten sind (vgl. Abschnitt 3.5.1 auf Seite 27):

$$z(0) = 0 \quad \text{und} \quad z'(0) = 0 , \quad (3.20)$$

$$z(L) = 0 \quad \text{und} \quad z''(L) = 0 . \quad (3.21)$$

Führt man die Abkürzung

$$\lambda^4 = \frac{\mu_0 \omega_0^2}{E I_y} \cdot L^4 \quad (3.22)$$



**Abbildung 3.19.:** Normalen- und Biegeschwingung erster Ordnung für eine Hebelarmlänge  $L = 1$ .

ein, so lassen sich die orts- und zeitabhängige Lösung schreiben als

$$z(x) = c_1 \cos \frac{\lambda}{L}x + c_2 \sin \frac{\lambda}{L}x + c_3 \sinh \frac{\lambda}{L}x + c_4 \cosh \frac{\lambda}{L}x, \quad (3.23)$$

$$T(t) = \tau \cos(\omega_0 t + \alpha). \quad (3.24)$$

Die Konstanten  $c_1$ ,  $c_2$ ,  $c_3$  und  $c_4$  werden über die Randbedingungen bestimmt und ferner so normiert, daß die Auslenkung am Maximum der Verbiegung Eins ergibt  $z(x_{\max}) := 1$ . Dies hat den Vorteil, daß sich die maximale Schwingungsamplitude durch den Parameter  $\tau$  darstellen läßt, der entsprechend gewählt werden kann. Die Phasenverschiebung wird mit  $\alpha$  bezeichnet. Die Resonanzfrequenz ergibt sich durch Umstellen der Gleichung (3.22) zu

$$\omega_0 = \left(\frac{\lambda}{L}\right)^2 \sqrt{\frac{E \cdot I_y}{\mu_0}} = h \left(\frac{\lambda}{L}\right)^2 \sqrt{\frac{E}{12 \rho_0}}. \quad (3.25)$$

Die Ergebnisse der obigen Betrachtungen (siehe Tabelle 3.2) stehen in guter Übereinstimmung sowohl mit den experimentellen Werten als auch mit den Resultaten aus Computersimulationen mit der Finite-Elemente-Methode [50]. Am Beispiel der in dieser Arbeit verwendeten Silizium-Hebelarme (vgl. Daten in Tabelle 3.1 auf Seite 25) erhält man aus der Gleichung (3.25) die in der Tabelle 3.3 zusammengestellten Werte für die Resonanzfrequenzen.

Bis jetzt wurde immer von einem homogenen Balken als Hebelarm ausgegangen, jedoch muß die Meßspitze an einem Ende des Hebelarms berücksichtigt und eine entsprechende Korrektur für die Resonanzfrequenzen der Normalmode angebracht werden. Man beginnt hierzu mit einem zusammengesetzten System, bestehend aus einer Massenverteilung  $m_0$  (dem Hebelarm) und einer lokalisierten Masse  $m_{\text{lok}}$  (der Spitze). Nun erhält man zunächst für  $m_{\text{lok}} = 0$  durch Einsetzen der Gleichung (3.7) in die Beziehung (3.25) für die Resonanzfrequenz

$$\omega_N = \sqrt{\frac{k_N}{(3/\lambda^4) \cdot m_0}}. \quad (3.26)$$

Daraufhin läßt sich eine effektive Masse

$$m_{\text{eff}} = m_{\text{lok}} + \frac{3}{\lambda^4} m_0 \quad (3.27)$$

definieren, die schließlich zur Resonanzfrequenz der Normalmode des Gesamtsystems führt

$$\omega_N = \sqrt{\frac{k_N}{m_{\text{eff}}}}. \quad (3.28)$$

Je nach Größe bzw. Masse der Spitze verringert sich die Resonanzfrequenz um ein bis zwei Prozent. Betrachtet man wieder die verwendeten Hebelarme und nimmt eine

Ordnung $n$	Normalenschwingung		Biegeschwingung	
	$\lambda_n$	$\omega_{0n}/\omega_N$	$\lambda_n$	$\omega_{0n}/\omega_N$
1	1.875	1	3.927	4.39
2	4.694	6.27	7.069	14.21
3	7.854	17.53	10.210	29.66

**Tabelle 3.2.:** Lösungen der Euler–Bernoulli–Differentialgleichungen für einen balkenförmigen Hebelarm. Die Frequenzen sind im Verhältnis zur Grundmode der Normalenschwingung  $\omega_N$  angegeben.

Ordnung $n$	Normalenschwingung	Biegeschwingung
	$\omega_{0n}/(2\pi)$ [kHz]	$\omega_{0n}/(2\pi)$ [kHz]
1	13.98	61.33
2	87.63	198.7
3	245.3	414.6

**Tabelle 3.3.:** Resonanzfrequenzen eines balkenförmigen Silizium–Hebelarms<sup>15</sup> mit den Daten aus der Tabelle 3.1 eingesetzt in die Gleichung (3.25).

kegelförmige Spitze mit einer Höhe von  $12\ \mu\text{m}$  und einem Basisradius von  $5\ \mu\text{m}$  an, so ergibt sich z. B. für die Grundschiwingung der Normalmode  $f_N \approx 13.78\ \text{kHz}$  im Unterschied zu dem Wert  $f_N \approx 13.98\ \text{kHz}$  aus der Tabelle 3.3. In der Biegemode kann man eine ähnliche Korrektur vernachlässigen, da die Spitze praktisch in Ruhe ist und deshalb kaum zur Schwingung beiträgt.

Da für die Messungen der Frequenzbereich auf etwa  $100\ \text{kHz}$  beschränkt ist (Grenzfrequenz des verwendeten Lock–In–Verstärkers), darf die Biegeresonanzfrequenz diesen Wert nicht überschreiten. Nach der Tabelle 3.3 gilt in den Grundmoden zwischen der Biege– und Normalenresonanz

$$f_{\text{bieg,B}} \approx 4.4 \cdot f_{\text{norm,B}} , \quad (3.29)$$

so daß balkenförmige Silizium–Hebelarme mit einer Normalenresonanz von ca.  $20\ \text{kHz}$  einsetzbar sind. Die ersten Versuche sind mit V–förmigen Hebelarmen aus Siliziumnitrit ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) durchgeführt worden, bei denen zwischen Biege– und Normalenschwingungen ein etwas günstigeres Verhältnis gilt (siehe [50]):

$$f_{\text{bieg,V}} \approx 3.5 \cdot f_{\text{norm,V}} . \quad (3.30)$$

Die Normalenresonanz darf demnach bei etwa  $28\ \text{kHz}$  liegen.

<sup>15</sup>Folgende Materialkonstanten liegen den Rechnungen zu Grunde:

$$E = 179 \cdot 10^9\ \text{Pa}, \quad \rho_0 = 2.33 \cdot 10^3\ \text{kg/m}^3.$$

### 3.6.3. Verluste und Güte bei Mikrohebelarmen

Bisher wurde der Hebelarm als ein ideal schwingfähiges System angesehen, in dem die zeitabhängige Lösung (3.24) der Euler–Bernoulli–Gleichung (3.16) nicht näher betrachtet wurde und außerdem keine Energieverluste auftraten. Durch Einsetzen der stationären Lösung (3.23) in die Gleichung (3.16) erhält man die Bewegungsgleichung eines ungedämpften harmonischen Oszillators

$$\frac{\partial^2 u(x, t)}{\partial t^2} + \omega_0^2 u(x, t) = 0 \quad (3.31)$$

mit der Lösung

$$u(x, t) = z(x) \cdot \tau \cos(\omega_0 t + \alpha) = U(x) \cdot \cos(\omega_0 t + \alpha) . \quad (3.32)$$

In einem realen System treten allerdings immer Energieverluste auf, die zu einem Abklingen der Schwingungsamplitude  $U(x)$  führen. Die Ursachen der Energiedissipation sind verschiedene Dämpfungsmechanismen, die die kinetische Energie der Schwingung in Wärme oder andere irreversible Energieformen umwandeln. Bei den Hebelarmen in der Rastersondenmikroskopie entstehen die Verluste in der Regel durch Dämpfung der Hebelarmschwingung bzw. durch Abstrahlung von Schallwellen an Luft, durch intrinsische Verluste im Material des Hebelarms bei dessen Verbiegung und über Erzeugung von Wärme am Kontaktpunkt der Hebelarmspitze und der Probenoberfläche. Näherungsweise lassen sich diese Dissipationsvorgänge durch einen linearen Dämpfungsterm in der DGL berücksichtigen, der ein exponentielles Abklingen der Schwingungsamplitude nach sich zieht (z. B. [68]):

$$\frac{\partial^2 u(x, t)}{\partial t^2} + 2\gamma \frac{\partial u(x, t)}{\partial t} + \omega_0^2 u(x, t) = 0 . \quad (3.33)$$

Der Dämpfungsterm entspricht einer dissipativen Kraft  $F = -c(\partial u/\partial t)$ , die proportional zur Geschwindigkeit und in ihrer Richtung entgegengesetzt ist. Üblicherweise führt man die Abkürzung  $2\gamma = c/m$  ein, wobei  $m$  die Masse des Systems ist. Die Resonanzfrequenz des freien Schwingers  $\omega_0$  hängt mit der Federkonstante  $k$  der Rückstellkraft zusammen:  $\omega_0^2 = k/m$ . In der Literatur werden die Lösungen der Differentialgleichung (3.33) ausführlich behandelt (z. B. [69]) und sind unter den Begriffen *Schwingfall* ( $\gamma^2 < \omega_0^2$ ), *aperiodischer Grenzfall* ( $\gamma^2 = \omega_0^2$ ) und *Kriechfall* ( $\gamma^2 > \omega_0^2$ ) hinreichend bekannt. Bei der Lösung des Schwingfalls wird der durch die Dämpfung verursachte exponentielle Abfall der Schwingungsamplitude  $U$  deutlich:

$$u(x, t) = U(x) e^{-\gamma t} \cos(\omega_0 t + \alpha) . \quad (3.34)$$

Führt man zusätzlich noch eine periodische Anregung des Systems  $F_{\text{in}} = f_{\text{in}} \cos(\psi t)$  ein, so lassen sich Resonanzkurven bei der Abhängigkeit der Schwingungsamplitude

von der anregenden Frequenz  $\psi$  aufzeichnen. Hieraus erhält man als wichtiges Ergebnis, daß die Resonanzfrequenzen in Abhängigkeit zur Dämpfung hin zu niedrigen Frequenzen verschoben werden:

$$\omega_{\text{res}} = \sqrt{\omega_0^2 - 2\gamma^2} \quad . \quad (3.35)$$

Im Falle der periodischen Anregung erhält man die Schwingungsamplitude  $u(\psi)$  und die Resonanzamplitude  $u_{\text{max}}$ :

$$u(\psi) \sim \frac{f_{\text{in}}}{\sqrt{(\omega_0^2 - \psi^2)^2 + 4\gamma^2\psi^2}} \quad , \quad (3.36)$$

$$u_{\text{max}} \sim \frac{f_{\text{in}}}{2\sqrt{\gamma^2(\omega_0^2 - \gamma^2)}} \quad . \quad (3.37)$$

Das schwingende System wird meist über den Gütefaktor  $Q$  charakterisiert, dessen Definition<sup>16</sup> über die Resonanzüberhöhung erfolgen kann, d. h. dem Quotienten aus der Resonanzamplitude  $u_{\text{max}}$  und der quasistatischen Amplitude  $u(\psi = 0)$

$$Q = \frac{\omega_0^2}{2\gamma \underbrace{\sqrt{\omega_0^2 - \gamma^2}}_{\approx \omega_0 \text{ für } \gamma \ll \omega_0}} \approx \frac{\omega_0}{2\gamma} \quad . \quad (3.38)$$

Eine allgemeinere Definition der Güte geht auf die Energie  $E_{\text{tot}}$  des schwingenden Systems zurück (u.a. [70])

$$Q = \frac{2\pi \cdot \text{Energie des Schwingers}}{\text{Energieverlust pro Periode}} = \frac{2\pi \cdot E_{\text{tot}}}{-\dot{E}_{\text{tot}} \cdot T} = \frac{E_{\text{tot}} \omega}{-\dot{E}_{\text{tot}}} \quad . \quad (3.39)$$

Im Schwingfall des harmonischen Oszillators ergibt sich mit der zeitlichen Energieänderung  $\dot{E}_{\text{tot}} \approx -2\gamma E_{\text{tot}}$  und einer Frequenz nahe der Resonanz ebenfalls

$$Q = \frac{E_{\text{tot}} \omega_0}{-\dot{E}_{\text{tot}}} \approx \frac{\omega_0}{2\gamma} \quad . \quad (3.40)$$

Bei Atmosphärendruck werden bei mikrostrukturierten Hebelarmen aufgrund von Dämpfungen durch Luftreibung Güten von  $Q \sim 10^1$  bis  $10^2$  gemessen. Im Hochvakuum hingegen treten wegen der langen Stoßzeiten zwischen den Gasmolekülen keine Luftströmungen mehr auf und die Schwingungsbewegung der Hebelarme wird lediglich durch die intrinsischen Verluste im Material reduziert. Man erreicht so Güten von 500 bis 1000 bei V-förmigen  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Hebelarmen [50] und bei Verwendung von Silizium als Hebelarmmaterial lassen sich sogar Güten von  $Q \sim 10^5$  erzielen [71].

---

<sup>16</sup>Häufig erfolgt die Definition der Güte auch über das Verhältnis der Resonanzfrequenz zur Breite der Resonanzkurve (siehe Anhang A.2).

Experimentell läßt sich die Güte eines Hebelarms und dessen Resonanzfrequenz in der Normalmode problemlos ermitteln. Der freie Hebelarm kann extern zu Schwingungen angeregt werden<sup>17</sup> und über die Auslenkungsdetektion ist eine Messung der Schwingungsamplitude und letztendlich der Resonanzkuve möglich. Die Bestimmung dieser Größen gestaltet sich für die Biegemode des Hebelarms schon schwieriger. Zunächst muß die Meßspitze in z-Richtung fixiert werden, um Normalenschwingungen zu verhindern. Dies kann durch den Kontakt der Spitze zu einer Oberfläche geschehen. Man muß hier durch den Einfluß des Oberflächenpotentials der Atome (Gleichung (2.20)) eine effektive Federkonstante (Gleichung (2.22)) berücksichtigen, die die dynamischen Eigenschaften verändert. Im günstigsten Fall ist die Dämpfung durch Reibung mit der Oberfläche gering gegenüber der intrinsischen Dämpfung des Hebelarms und das Potential und die lokale Elastizität der Oberfläche bewirken nur eine Verschiebung der Resonanzfrequenz (vergleichbar mit der Resonanzverschiebung durch Berücksichtigung der Hebelarmspitze im Abschnitt 3.6.2).

---

<sup>17</sup>Aufgrund der hohen Güten im Hochvakuum reicht meist schon eine thermische Anregung des Hebelarms zur Bestimmung seiner Resonanzkurve bzw. Güte.

## 4. Grundlegende Messungen zur Biegeresonanz

Im folgenden Kapitel wird untersucht, in wieweit sich die Biegemode des Hebelarms zur Abbildung in der Reibungsmikroskopie einsetzen läßt. Dabei wird aus den theoretischen Überlegungen im vorangegangenen Kapitel klar, daß es sich bei dem so verwendeten schwingenden Hebelarm in Verbindung mit der anregenden Probenoszillation um einen kraft- und reibungsgekoppelten Oszillator handelt, dessen Dämpfung im Vakuum vorwiegend von den Reibungsverlusten am Spitze/Probe-Kontakt bestimmt wird.

Mit dem im Kapitel 3 beschriebenen Meßaufbau ist eine Einflußnahme des Schwingverhaltens nur über die Auflagekraft und über die Modulationsamplitude der Probenschwingung möglich. Lokale Messungen in der Biegeresonanz von Siliziumhebelarmen auf HOPG sollen dazu Aufschluß über das Schwingverhalten des Hebelarms geben.

### 4.1. Einfluß der Modulationsamplitude

Zunächst wird der Frequenzgang der Schwingungsamplitude  $S_H$  des Hebelarms in Abhängigkeit von der anregenden Modulationsamplitude  $M_P$  der Probe untersucht. Die Schwingungsamplitude wird dazu mit Hilfe eines Spektrumanalysators im Vakuum<sup>1</sup> gemessen, mit der Modulationsamplitude der Probe als Parameter (siehe Abbildung 4.1).

1. Zunächst steigt die Schwingungsamplitude  $S_H$  linear mit der Modulationsamplitude  $M_P$  an. In diesem Bereich sind die Resonanzkurven symmetrisch und entsprechen denen eines harmonischen Oszillators. Die Güten liegen bei etwa 300. Der Hebelarm schwingt offenbar harmonisch bei kleinen Modulationsamplituden (wenige Ångström). Zu vermuten ist, daß die Tastspitze sich nicht lateral über die Probenoberfläche bewegt, sondern bestenfalls Nickbewegungen ausführt.
2. Ab einem Grenzwert der Modulationsamplitude, im Beispiel (Abbildung 4.1) bei 0.16 nm, ändert sich das im ersten Punkt beschriebene Verhalten<sup>2</sup>. Die Schwin-

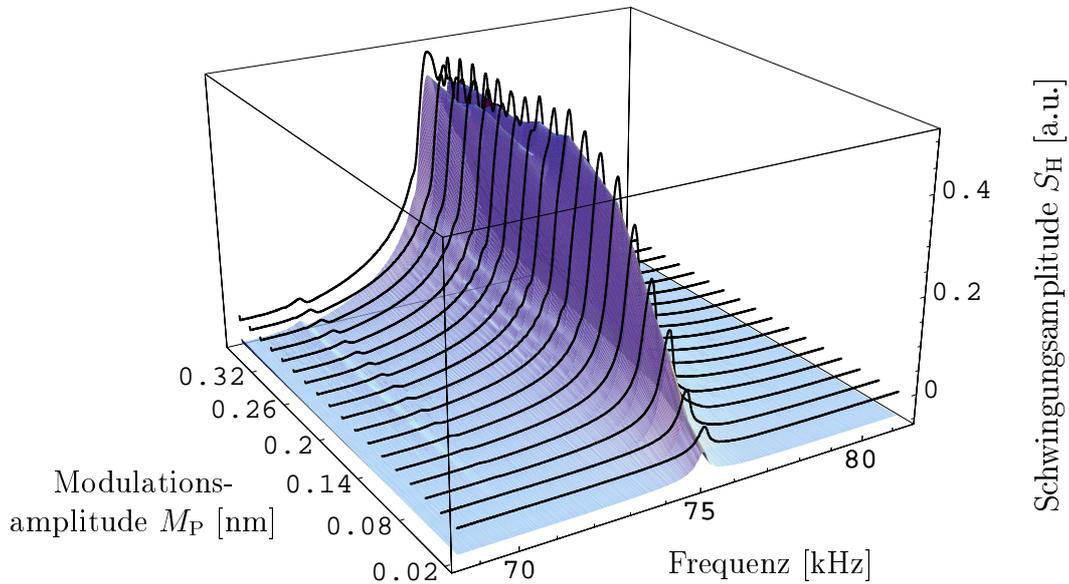
---

<sup>1</sup>Die Kammerdrücke liegen bei  $10^{-6}$  mbar und besser.

<sup>2</sup>Bei den ebenfalls verwendeten Si-Hebelarmen beträgt der Grenzwert einige Nanometer (vgl. hierzu Abbildung 4.3)

gungsamplitude ist nun nahezu unabhängig von der Modulationsamplitude der Probe, die gemessenen Resonanzkurven werden zunehmend breiter und es zeigen sich Nebenresonanzen. Anscheinend durchläuft die Tastspitze nun Haft-Gleitzyklen, bei denen eine ansteigende Modulationsamplitude immer längere Gleitbewegungen der Hebelarmspitze auf der Probe hervorruft. Da sich die Güte des Oszillators auf Werte um 150 verschlechtert (Verbreiterung der Resonanzkurve), wird offensichtlich in den Gleitbereichen die eingekoppelte Energie verzehrt.

Festzuhalten ist, daß je nach Modulationsamplitude, der Hebelarm in der Biegeresonanz über den Reibungskontakt in zwei verschiedenen Zuständen oszilliert. Weitere Untersuchungen zu diesem Effekt werden nachfolgend beschrieben.



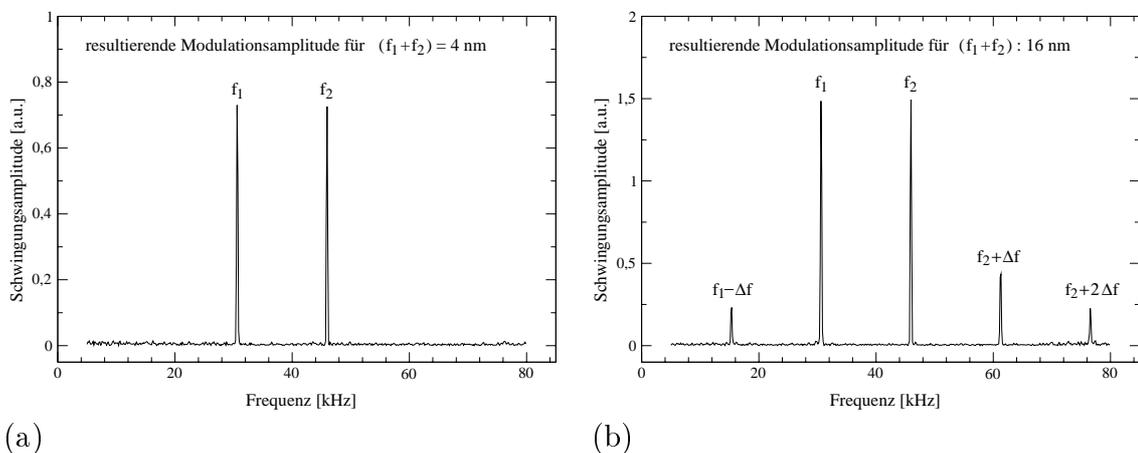
**Abbildung 4.1.:** Serie von Resonanzkurven in der Biegemode eines  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Hebelarms gemessen bei einem Kammerdruck von etwa  $10^{-6}$  mbar. Variiert wurde die Modulationsamplitude  $M_P$  beginnend bei  $M_P = 0.04$  nm mit einer Schrittweite von  $\Delta M_P = 0.02$  nm zwischen den einzelnen Kurven. Deutlich ist der lineare Anstieg der Schwingungsamplitude  $S_H$  im Haftbereich zu erkennen. Ab etwa  $M_P = 0.16$  nm befindet sich das System im Haft-Gleitbereich und die Schwingungsamplitude bleibt nahezu konstant. Das Probenmaterial ist HOPG.

## 4.2. Nichtlineares Schwingverhalten

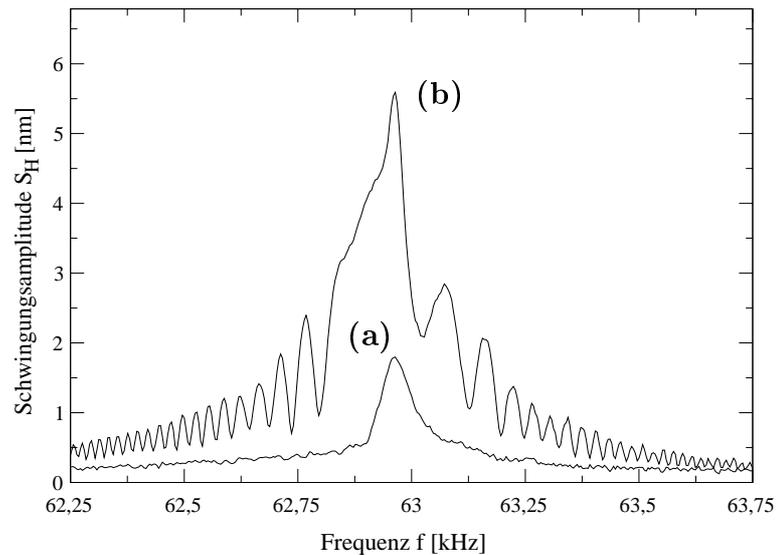
Durch gleichzeitige Modulation der Probe mit zwei unterschiedlichen Anregungsfrequenzen  $f_1$  und  $f_2$  außerhalb der Hebelarmresonanzen beobachtet man bei kleinen Modulationsamplituden zunächst die beiden Peaks der Anregung (Abbildung 4.2a). Wird das System bei größeren Modulationsamplituden betrieben, so entstehen im Spektrum zusätzlich Mischfrequenzen (sogenannte Intermodulationsfrequenzen [73]), die in einem ganzzahligen Vielfachen des Abstands  $\Delta f = f_2 - f_1$  von den Anregungsfrequenzen liegen (Abbildung 4.2b) und die typisch für nichtlineares Schwingverhalten sind. Genau dies ist in der Abbildung 4.2 deutlich zu sehen.

Quasistatisch aufgenommene Resonanzkurven<sup>3</sup> der Biegeschwingung zeigen ebenfalls eine für nichtlineare Oszillationen typische Asymmetrie auf, d. h. ein Ast der Resonanzkurve ist wesentlich steiler als der andere [73]. Im Gegensatz dazu unterscheiden sich Resonanzkurven, die mit einem Spektrumanalysator ermittelt wurden, deutlich von den quasistatischen Untersuchungen, da hier die anregende Frequenz sehr schnell variiert wird. Die Kurve des Spektrumanalysators enthält weitere Resonanzen (*beat frequencies*), die auch typisch für nichtlineare Systeme sind und damit ebenfalls auf lokale Haft–Gleitphasen der Tastspitze hindeuten (Abbildung 4.3).

<sup>3</sup>Bei der quasistatischen Messung der Resonanzkurve wird zu jeder Frequenz separat die Schwingungsamplitude gemessen nachdem diese sich stabil eingestellt hat. In der Regel erfolgen die Messungen manuell und sind deshalb entsprechend aufwendig.



**Abbildung 4.2.:** Bei der gleichzeitigen Modulation der Probe mit zwei Frequenzen  $f_1$  und  $f_2$  entstehen Intermodulationsfrequenzen beim Übergang zum nichtlinearen Verhalten. (a) Spektrum im linearen Bereich bei einer gesamten Modulationsamplitude von 4 nm. (b) Intermodulationsfrequenzen im Spektrum bei einer resultierenden Modulationsamplitude von 16 nm.

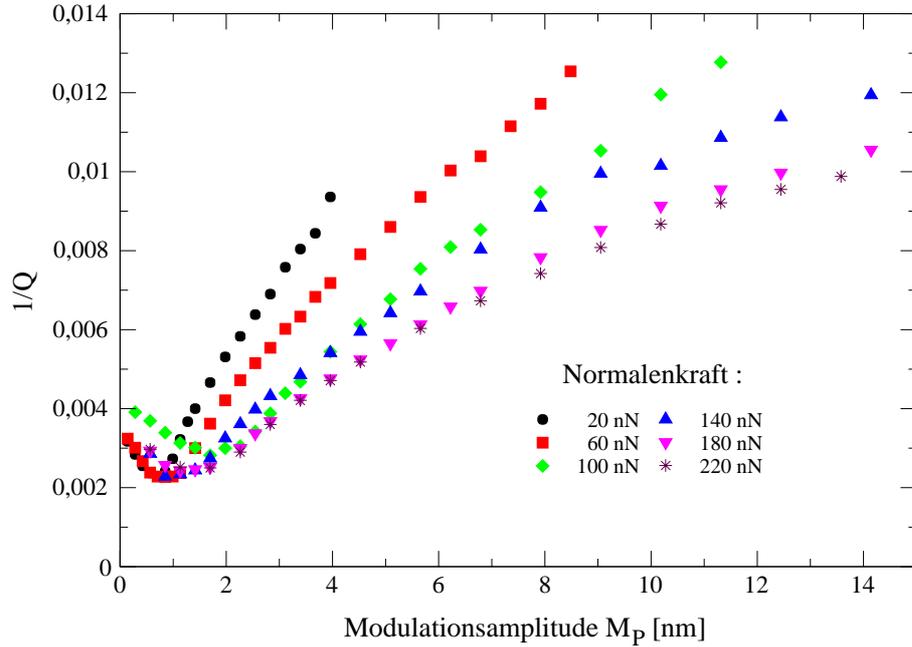


**Abbildung 4.3.:** Typische Resonanzkurven auf HOPG (jetzt mit Si-Hebelarm): (a) bei kleiner Modulationsamplitude  $M_P = 2.8$  nm (linearer Bereich), (b) bei großer Modulationsamplitude  $M_P = 8.5$  nm (nichtlineares Verhalten).

### 4.3. Analyse der Reibungsverluste

Die lokalen Reibungsverluste lassen sich formal bestimmen, wenn man die Resonanzkurven des Hebelarm–Probe–Systems aufnimmt und die Güte ermittelt. Da die Reibungsverluste proportional zum Kehrwert der Güte  $1/Q$  sind, erhält man typische Ergebnisse wie in der Abbildung 4.4 dargestellt. Man erkennt, wie  $1/Q$  mit steigender Modulationsamplitude zunimmt, die Zunahme sich jedoch immer weiter verringert. Bei kleinen Modulationsamplituden weisen die Verluste ein Minimum auf und nehmen für  $M_P \rightarrow 0$  wieder etwas zu. Zusätzlich ist in der Abbildung 4.4 noch als weiterer Parameter die Normalkraft (oder Auflagekraft), mit der die Meßspitze auf die Probe drückt, verändert worden. Durch eine Erhöhung der Auflagekraft resultiert also offensichtlich eine höhere Haftreibung, so daß mehr Energie in den oszillierenden Hebelarm übertragen werden kann. Darüberhinaus reduziert sich die Gleitphase, wodurch ebenfalls der Anteil der Gleitreibungsverluste verringert wird.

Da die Güten von frei schwingenden Siliziumhebelarmen im UHV bei über  $10^5$  in der Normalmode liegen, kann man davon ausgehen, daß auch die intrinsischen Verluste in der Biegemode vernachlässigt werden können. Im Haftbereich liegt zwar die gemessene Güte der Biegemode ( $Q \sim 350$ ) höher als in der Haft–Gleitphase, jedoch entspricht sie nicht der intrinsischen Güte des freien Hebelarms. Bei kleinen Modulationsamplituden beobachtet man also Verluste, die weder der Gleitbewegung (Spitze sollte ab einer gewissen Grenze haften) noch den intrinsischen Hebelarmverlusten zuzuordnen sind. Bemerkenswert ist dabei besonders, daß bei sehr kleinen Modulationsamplituden die Verluste sogar geringfügig zunehmen. Vermutlich sind



**Abbildung 4.4.:** Kehrwert der Güte als Funktion der Modulationsamplitude. Zusätzlich wurde noch die Normalkraft, mit der die Meßspitze des Hebelarms auf die Probe drückt, verändert. Zur Aufnahme der dazugehörigen Resonanzkurven wurde die Probe mit Frequenzen um die Biegeresonanz von 59.6 kHz moduliert.

kleine Verunreinigungen, die sich während der lokalen Messung zwischen der Probenoberfläche und dem Spitzenapex ansammeln, für diese Verluste verantwortlich. Die Verunreinigungen könnten eine viskose Dämpfung der Nickbewegung der Spitze im Haftbereich verursachen. Auf die Problematik der Spitzenverunreinigung wird nochmals im Kapitel 6 näher eingegangen.

### 4.3.1. Berechnung der Reibungsverluste

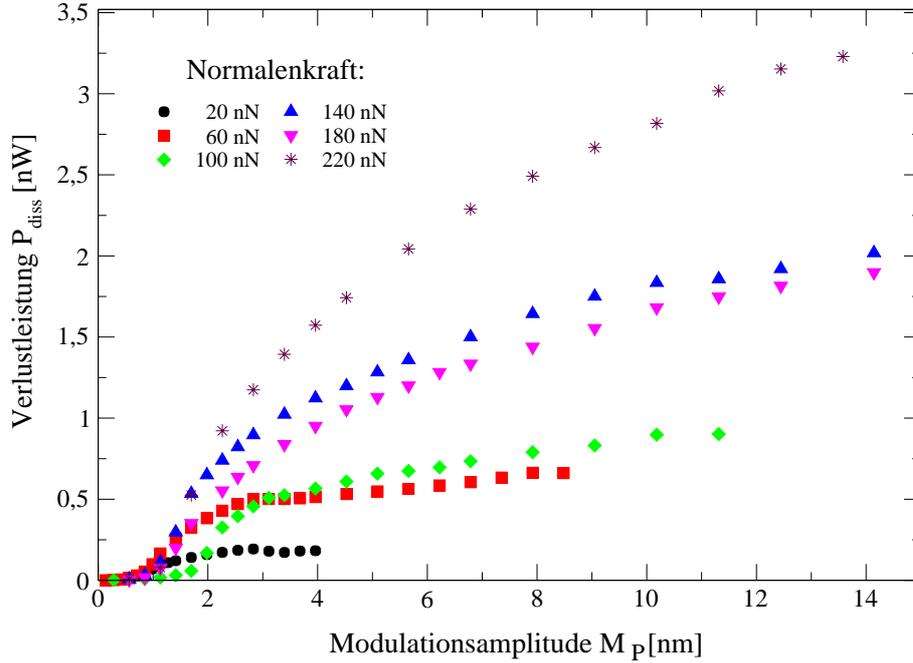
Um eine Vorstellung über die absolute Höhe der Verlustleistung zu erhalten geht man von der Güte eines schwingenden Systems aus (siehe Gleichung (3.39))

$$Q = \frac{E_{\text{tot}} \omega}{-\dot{E}_{\text{tot}}} = \frac{E_{\text{tot}} \omega}{P_{\text{diss}}} . \quad (4.1)$$

Für die Verlustleistung  $P_{\text{diss}}$  folgt

$$P_{\text{diss}} = \frac{\omega \cdot E_{\text{tot}}}{Q} = \frac{2\pi f_0 \cdot E_{\text{tot}}}{Q} , \quad (4.2)$$

wobei die Güte  $Q$  an den gemessenen Resonanzkurven abgelesen werden kann und  $f_0$  der Probenmodulationsfrequenz entspricht. Die Gesamtenergie des Hebelarms läßt



**Abbildung 4.5.:** Verlustleistung über der Modulationsamplitude nach dem im Abschnitt 4.3.1 beschriebenen Verfahren. Es wurden die Meßwerte aus der Abbildung 4.4 benutzt.

sich aus der Lösung der Euler–Bernoulli–DGL  $u(x, t)$  aus dem Abschnitt 3.6.2 auf Seite 38 ermitteln. Beim Nulldurchgang der Hebelarmschwingung entspricht die Gesamtenergie des Systems der kinetischen Energie:

$$E_{\text{tot}} = E_{\text{kin}} = \frac{m}{2L} \int_0^L (\dot{u})^2 dx = \frac{\Theta}{2} m S_H^2 \omega^2 . \quad (4.3)$$

Die Gesamtenergie hängt demnach nur von der Geometrie (Masse  $m$ , Länge  $L$ , maximale Auslenkung  $S_H$  des Hebelarms) und der Schwingfrequenz  $\omega$  des Hebelarms sowie einem Formfaktor  $\Theta$  ab, der durch die Randbedingungen der Euler–Bernoulli–DGL bestimmt wird. Geht man wieder von den Überlegungen zur Lösung der Differentialgleichung aus (siehe Abschnitt 3.6.2), dann erhält man  $\Theta \approx 0.439$ . Die Beziehung für die Verlustleistung lautet demnach

$$P_{\text{diss}} = \frac{\Theta m S_H^2 \omega^3}{2Q} . \quad (4.4)$$

Der zu Anfang dieses Abschnitts besprochene Anstieg der Verluste zu sehr kleinen Modulationsamplituden hin wird hier durch die quadratisch eingehende Schwingungsamplitude  $S_H$  dominiert und von der Beziehung (4.4) nicht berücksichtigt.

Wendet man die Gleichung (4.4) auf die Resonanzkurven an, die auch der Abbildung 4.4 zugrunde liegen, ergeben sich Verlustleistungen im Bereich einiger Nanowatt

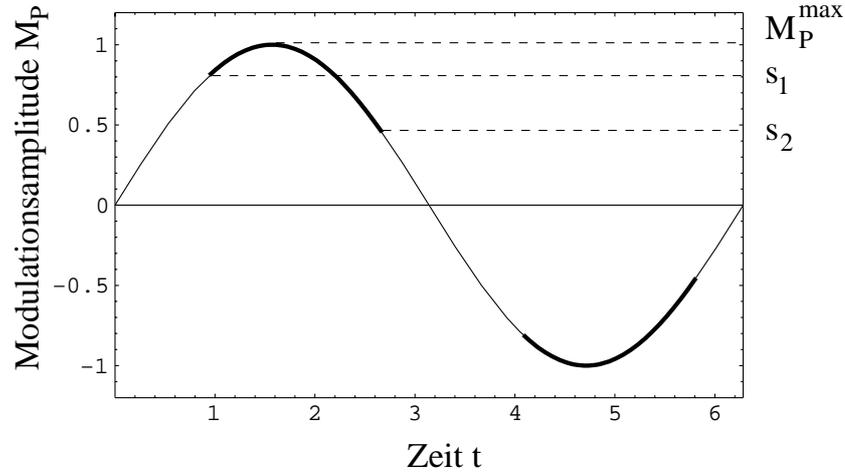
(Abbildung 4.5). Mit Hilfe der Verlustleistung kann der Energieverlust pro Periode bestimmt werden (vgl. Gleichung (4.1)):

$$\Delta E = \frac{P_{\text{diss}}}{\omega} \quad (4.5)$$

Nimmt man z. B. einen Verlustwert  $P_{\text{diss}} = 0.5 \text{ nW}$  bei moderaten Normalenkräften von  $60 \text{ nN}$  (Probenmodulation:  $f_0 = 59.6 \text{ kHz}$ ,  $M_P = 8 \text{ nm}$ ), so erhält man einen Energieverlust von  $\Delta E = 1.3 \cdot 10^{-15} \text{ J}$ . Bezieht man diesen auf eine von der Geometrie des Kontaktpunkts und Größe der Modulationsamplitude vorgegebene Wechselwirkungsfläche in der Größenordnung von  $300 \text{ nm}^2$ , dann ergeben sich Oberflächenenergien (vgl. Abschnitt 2.1.2 auf Seite 3) von einigen Joule pro Quadratmeter, die vergleichbar sind mit den in der Literatur bekannten Werten [10] für metallische Oberflächen. Graphit sollte jedoch eine geringere Oberflächenenergie von ungefähr  $100 \text{ mJ/m}^2$  aufweisen [9]. Möglicherweise ist die Wechselwirkungsfläche größer als angenommen, eventuell durch Adsorbate an den Rändern der Tastspitze, die während der Modulationsbewegung mitgeschleift werden (vgl. Kapitel 6). Führt man das Beispiel fort und bestimmt eine mittlere Lateralkraft

$$\overline{F}_L = \frac{\Delta E}{\Delta x} = \frac{P_{\text{diss}}}{2 M_P \omega} \quad (4.6)$$

mit Hilfe des pro Periode zurückgelegten Weges  $\Delta x = 2 \cdot M_P = 16 \text{ nm}$ , so ergibt sich  $\overline{F}_L = 83 \text{ nN}$ . Dieser Wert entspricht den Lateralkräften, die auf amorphem Graphit [74] an Luft gemessen werden. Im Gegensatz dazu liegen die Lateralkräfte bei HOPG sowohl im Vakuum [75, 76] als auch unter Umgebungsbedingungen [23, 1] in der Regel deutlich niedriger. Man mißt Lateralkräfte zwischen  $0.01 \text{ nN}$  und  $2 \text{ nN}$ . Bei dem hier angewendeten Verfahren muß jedoch berücksichtigt werden, daß die Relativgeschwindigkeit zwischen Spitze und Probe wesentlich höher ist als z. B. bei Ruan et. al. [76] wo sich die Tastspitze mit der Scan-Geschwindigkeit ( $\sim 1 \mu\text{m/s}$ ) über die Oberfläche bewegt oder bei Göddenhenrich et. al. [1] der mit wesentlich geringeren Frequenzen ( $3 \text{ kHz} \implies$  Relativgeschwindigkeit  $\sim 10 \mu\text{m/s}$ ) die Graphitprobe moduliert. Diese Überlegung stimmt mit den Resultaten von Zwörner et. al. [74] überein, der die Geschwindigkeitsabhängigkeit der Punktkontaktreibungskräfte u. a. auf HOPG untersucht hat und der bei den hier auftretenden Relativgeschwindigkeiten von  $\sim 1 \text{ mm/s}$  (vgl. Anhang B.1) zu ähnlichen Lateralkräften gelangt. Zwörner erhält für kleine Spitzengeschwindigkeiten bis etwa  $1 \mu\text{m/s}$  geringe Reibungskräfte von unter  $1 \text{ nN}$ , die er damit erklärt, daß die Tastspitze im wesentlichen *stick-slip*-Bewegungen ausführt, bei denen nur Energie dissipiert wird, wenn die Spitze von einer Potentialmulde in die nächste springt (vgl. Abschnitt 2.3.3 auf Seite 8). Bei Geschwindigkeiten ab etwa  $10 \mu\text{m/s}$  dominieren nach dem Modell in [74] viskose Dämpfungsmechanismen, die zu einer deutlichen Zunahme der Reibungs- bzw. Lateralkräfte führen, die nun proportional zur Geschwindigkeit zunehmen.



**Abbildung 4.6.:** Sinusförmige Modulationsamplitude der Probe mit den dicker eingetragenen Haftbereichen der Spitze.

### 4.3.2. Modell der Reibungsverluste

Da sich die tatsächliche Bewegung der Tastspitze relativ zur Oberfläche der direkten Beobachtung verschleißt, wird im folgenden versucht, mit einer einfachen Modellvorstellung die Abhängigkeit der Verluste von der Modulationsamplitude der Probe zu erklären.

Die Probenbewegung wird dabei als sinusförmig angenommen und in zwei Abschnitte unterteilt, den Haft- und den Gleitbereich der Spitze. Hierzu definiert man zwei Schwellen  $s_1$  und  $s_2$ , wobei die erste Schwelle angibt, ab wann die Spitze an der langsamer werdenden Probe haftet. Die zweite Schwelle legt den Start der Gleitbewegung bei wachsender Probenauslenkung fest (vgl. Abbildung 4.6). Die Schwellwerte selbst haben einen festen Abstand  $\Delta s_1$  bzw.  $\Delta s_2$  von der Maximalauslenkung  $M_P^{\max}$ , damit der Haftbereich nicht proportional mit der Modulationsamplitude zunimmt. Es gilt:

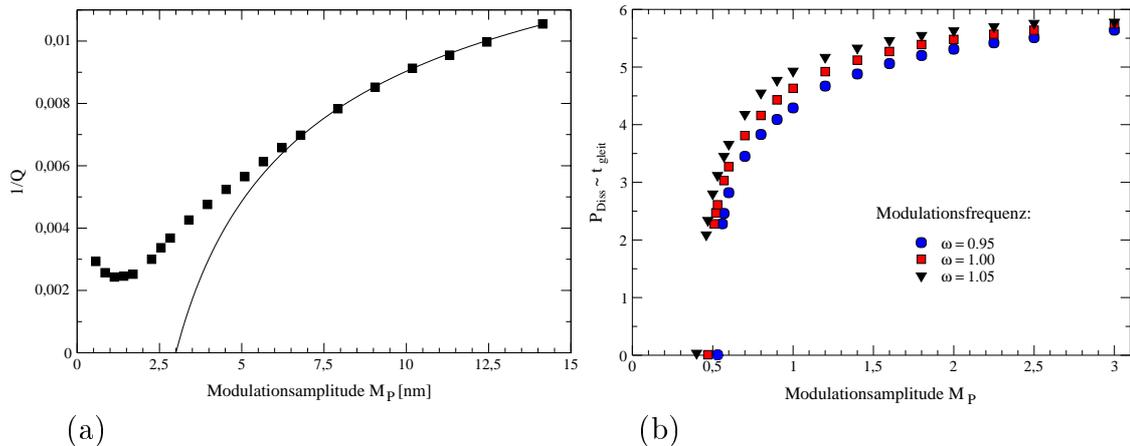
$$s_1 = M_P^{\max} - \Delta s_1 \quad \text{und} \quad s_2 = M_P^{\max} - \Delta s_2 . \quad (4.7)$$

Die Reibungsverluste  $P_{\text{diss}} \sim 1/Q$  (Güte  $Q$ ) werden als proportional zur Dauer der Gleitphase betrachtet, wobei geschwindigkeitsabhängige Effekte unberücksichtigt bleiben (siehe auch Abbildung 4.7a):

$$P_{\text{diss}} \sim \frac{1}{Q} \sim |t(s_2) - t(s_1)| . \quad (4.8)$$

Kleine Modulationsamplituden<sup>4</sup> reichen nicht aus, um Gleitvorgänge der Hebelarmspitze hervorzurufen. Erst ab einer Schwelle beginnt die Spitze während der Proben-

<sup>4</sup>Der bei der Diskussion der Meßwerte (vgl. Abbildung 4.4) beobachtete Anstieg der Verluste bei sehr kleinen Modulationsamplituden kann in diesem einfachen Modell nicht berücksichtigt werden.



**Abbildung 4.7.:** (a) Vergleich der Meßwerte für die reziproke Güte bei einer Normalkraft von 180 nN (siehe Abbildung 4.4) mit dem Modell der Haft/Gleitbereiche (durchgezogene Linie) nach der Gleichung (4.8). (b) Computersimulationsergebnisse zum Modell der Haft/Gleitbereiche. Wegen dem qualitativen Charakter der Berechnungen wird auf die Einheiten verzichtet.

bewegung zeitweise zu gleiten. Der Gleitbereich nimmt mit zunehmender Probenmodulation immer weiter zu.

Gestützt werden diese Überlegungen durch die Betrachtung eines klassischen Feder–Masse–Systems, welches den Hebelarm darstellt. Die Ebene auf der die Masse gleitet wird sinusförmig moduliert, damit sie in diesem Modell der Probe entspricht, die den Hebelarm anregt. Hierzu wurden Computersimulationen nach einem modifizierten Euler–Richardson–Verfahren (z. B. [77]) durchgeführt (siehe Anhang A.3 auf Seite 94), mit denen bestimmt werden kann, ob die Hebelarmspitze über die Probe gleitet oder an dieser haftet. Wie bei den oben beschriebenen Überlegungen wird auch hier die Dauer der Gleitphase  $t_{gleit}$  den Verlusten zugeordnet. Exemplarische Ergebnisse sind in der Abbildung 4.7b dargestellt. Die Parameter sind so gewählt worden, daß die Resonanzfrequenz des modellierten Systems bei  $\omega = 1$  liegt.

### 4.3.3. Zusammenfassung der Resultate

Es ergibt sich mit den obigen Ausführungen insgesamt folgendes Bild für die Reibungsverluste im Resonanzfall der Modulations–Reibungsmikroskopie:

- Die bei sehr kleinen Modulationsamplituden (wenige Ångström) beobachteten Verluste werden vermutlich nicht durch das Durchlaufen von Haft–Gleitzyklen verursacht, sondern durch eine viskose Dämpfung der Nickbewegung der Tastspitze hervorgerufen.
- Bei zunehmender Modulationsamplitude haftet die Spitze zunächst noch auf der

Probe und die Schwingungsamplitude steigt linear an. Der Hebelarm schwingt als gedämpfter, linearer, harmonischer Oszillator.

- Die maximale Größe der Schwingungsamplitude, bei der der Übergang vom Haft- in den Haft-Gleitbereich stattfindet, steigt mit zunehmender Auflagekraft an.
- Bei ausreichend großen Modulationsamplituden werden periodisch Haft-Gleitzyklen durchlaufen. Die Biegeschwingung des Hebelarms erfährt dabei eine stärkere Dämpfung, da in der Gleitphase zusätzlich Energie dissipiert wird.
- Umgekehrt werden die Verluste in der Gleitphase auch von der Haftreibung beeinflusst. Bei einer höheren Haftreibung wird zum einen die Gleitphase verkürzt und damit der Anteil der Gleitreibungsverluste reduziert. Auf der anderen Seite führt eine höhere Haftreibung dazu, daß mehr Energie in den mechanischen Oszillator übertragen wird.
- Wie die Überlegungen zeigen, liegt die Verlustleistung des beschriebenen Systems in der Größenordnung von einigen Nanowatt. Daraus ergeben sich Oberflächenenergien von einigen Joule pro Quadratmeter, die etwas größer als die für Graphit in der Literatur bekannten Werte sind ( $\gamma_{\text{Graphit}} \approx 100 \text{ mJ/m}^2$ ), und Lateral- bzw. Reibungskräfte von  $\sim 100 \text{ nN}$ , die den Werten aus der Literatur entsprechen.
- Die Resultate erlauben auch Rückschlüsse zum Abbildungscontrast bei der Modulations-Reibungsmikroskopie, wenn sowohl bei fester Frequenz als auch Amplitude gemessen wird. Entsprechend den Ausführungen im Abschnitt 4.1 sind damit zumindest zwei Meßmodi zur Aufnahme von Reibungsbildern einer Probenoberfläche denkbar. Die Modulationamplitude kann zum einen so gering gehalten werden, daß die Tastspitze lokal ständig an der Oberfläche haftet. Steigert man die Modulationsamplitude damit die Hebelarmspitze Haft-Gleitzyklen durchläuft, dann sollte ein Abbildungscontrast vorliegen, der primär von den Reibungsverlusten dominiert wird. Im folgenden Kapitel soll dies näher untersucht werden.

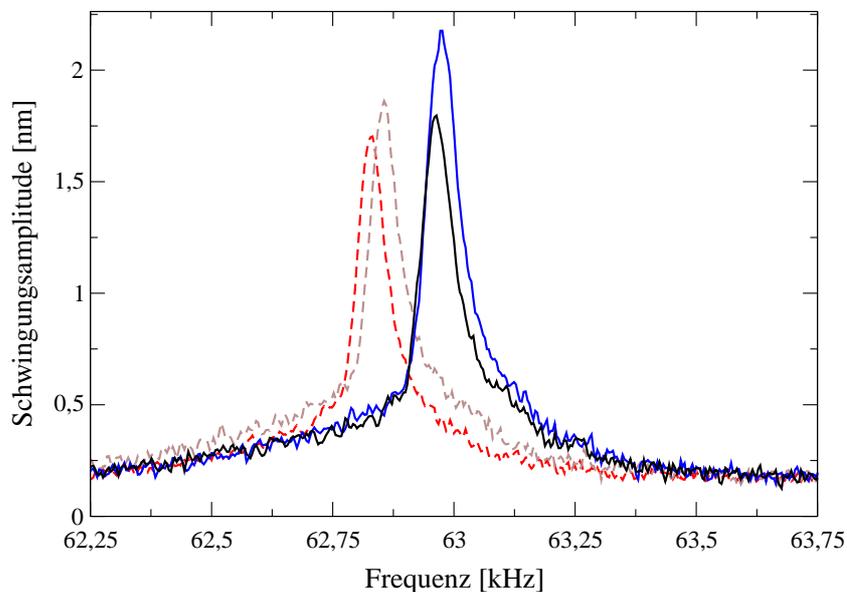
## 5. Untersuchung der Abbildungs- kontrastmechanismen in der Modulations- Reibungsmikroskopie

Die Ausführungen im vorherigen Kapitel haben gezeigt, daß die Größe der Modulationsamplitude und damit die Art und Weise der Reibungswechselwirkung einen entscheidenden Einfluß auf die zu erwartenden Kontraste bei der Messung von Reibungsbildern hat. Insbesondere der Unterschied zwischen dem reinen Haftbereich und dem Haft-Gleitbereich sollte zu einem deutlich Unterschied im Abbildungs-  
kontrast führen.

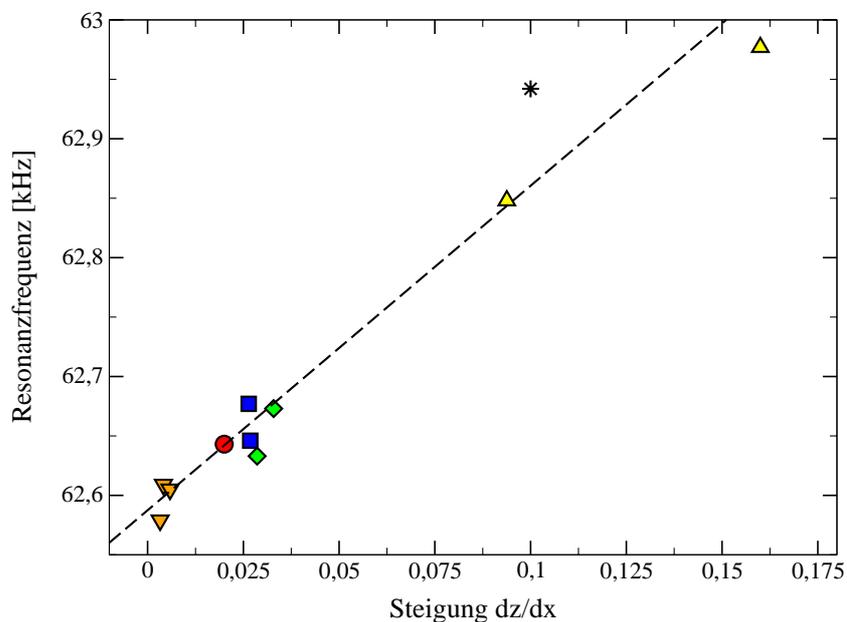
Zur Aufnahme von Reibungsbildern wird die Probe mit fester Frequenz und konstanter Amplitude in der Biegeresonanz des Hebelarms moduliert (vgl. Abschnitt 3.5.1 auf Seite 27). Grundsätzlich wäre es zwar wünschenswert, an jedem Bildpunkt eine Resonanzkurve aufzunehmen, jedoch würde dies zu übermäßig langen Meßzeiten führen (siehe Anhang B.2 auf Seite 97). Je nach Größe der Modulationsamplitude befindet sich der Hebelarm nun im Haftbereich oder er durchläuft periodisch Haft-Gleitzyklen (vgl. Abschnitt 4.1 auf Seite 44).

### 5.1. Einfluß der Topographie auf den Abbildungskontrast

Um den Einfluß der Oberflächenmorphologie auf den Abbildungsmechanismus näher zu untersuchen, wurde auf HOPG an verschiedenen Stellen einer Oberfläche mit unterschiedlichen Probenneigungen Resonanzspektren bei kleinen Modulationsamplituden im Vakuum ( $10^{-9}$  mbar) aufgezeichnet. Dabei wurde beobachtet, daß auf ein und derselben Probe an verschiedenen Stellen unterschiedliche Resonanzfrequenzen gemessen werden können (vgl. Abbildung 5.1). Da auch verschiedene Proben nicht mit exakt der selben Neigung, bezogen auf den Hebelarm, in das Mikroskop eingebaut werden können, weisen auch alle HOPG-Proben untereinander eine unterschiedliche Steigung in Scan-Richtung (hier als x-Achse bezeichnet) auf. Diese lokale Steigung wurde ebenfalls bestimmt und in der Abbildung 5.2 in einem Diagramm mit der dazu gemessenen Resonanzfrequenz der Biegeschwingung des Hebelarms aufgetragen. Dabei zeigt sich, daß bei geringen Probensteigungen bis etwa 20% noch ein linearer Zusammenhang zur Frequenzverschiebung besteht.



**Abbildung 5.1.:** Resonanzkurven gemessen bei kleinen Modulationsamplituden im Haftbereich auf HOPG an zwei verschiedenen Stellen (gestrichelte und durchgezogene Linien) auf der Probenoberfläche mit unterschiedlicher Neigung.



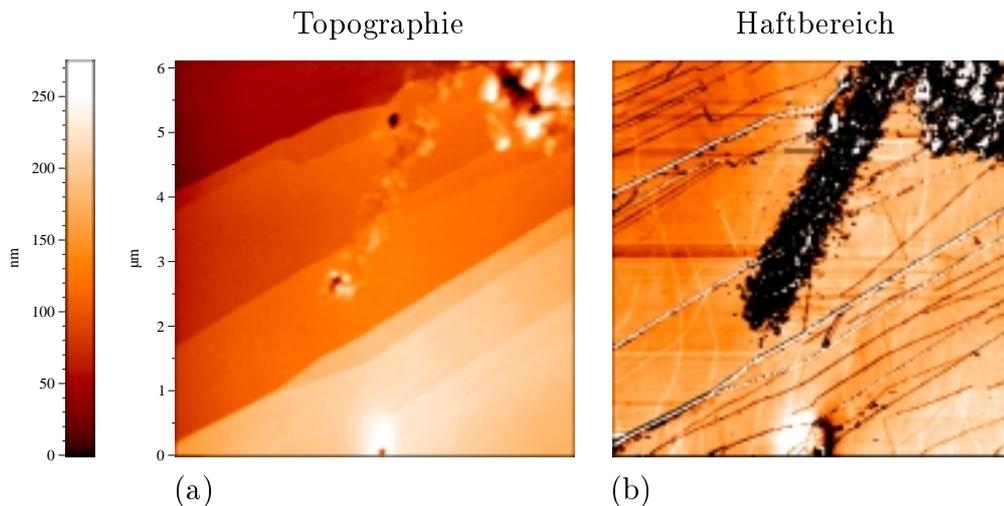
**Abbildung 5.2.:** Frequenz der Biegeresonanz über der Probensteigung in Scan-Richtung. Jede Symbolgruppe steht für eine andere Probe und jedes Symbol selbst für eine andere Bildaufnahme.

Neben den eigentlichen Materialeigenschaften der Probe führen offensichtlich Änderungen in der Topographie zu einem Kraftgradienten, der die dynamischen Eigenschaften des Hebelarms verändert. Die Resonanzfrequenz selbst ist proportional zur Wurzel aus der effektiven Federkonstante des Systems, wobei diese wiederum vom Kraftgradienten abhängt (vgl. Gleichungen (2.21) und (2.22)):

$$\omega_{\text{res}} = \sqrt{\frac{k_{\text{eff}}}{m_{\text{eff}}}}. \quad (5.1)$$

Ein Einfluß auf den Abbildungskontrast, der durch eine Verschiebung der Biegeresonanz des Hebelarm–Probe–Systems verursacht wird und deren Größenordnung im Fall kleiner Modulationsamplituden etwa 100 Hz entspricht (Abbildung 5.1), kann zunächst nicht von einem reibungsinduzierten Einfluß unterschieden werden. Der topographienbedingte Beitrag zum Abbildungskontrast wird im folgenden *Topographiegradientenanteil* oder kurz *Gradientenanteil* genannt. Da bei der Modulations–Reibungsmikroskopie auch die Topographie aufgezeichnet wird, sollte es möglich sein, diesen Topographiegradientenanteil aus dem Reibungsbild herauszurechnen (siehe Abschnitt 5.3).

Regt man die Probe also mit entsprechend kleinen Modulationsamplituden an, dann haftet die Tastspitze des Hebelarms lokal an der Probenoberfläche und der Hebelarm schwingt ähnlich einem linearen Oszillator. Dies führt dazu, daß die Bilder leichter von Frequenz– und Phasenverschiebungen, wie laterale Oberflächengradienten sie verursachen, beeinflusst werden können, da die Dämpfung durch Reibungseffekte vergleichsweise gering ist. In Abbildung 5.3 (unteres Viertel) ist dieser topographiebedingte Beitrag zum Abbildungskontrast deutlich erkennbar: Eine in der Topographie

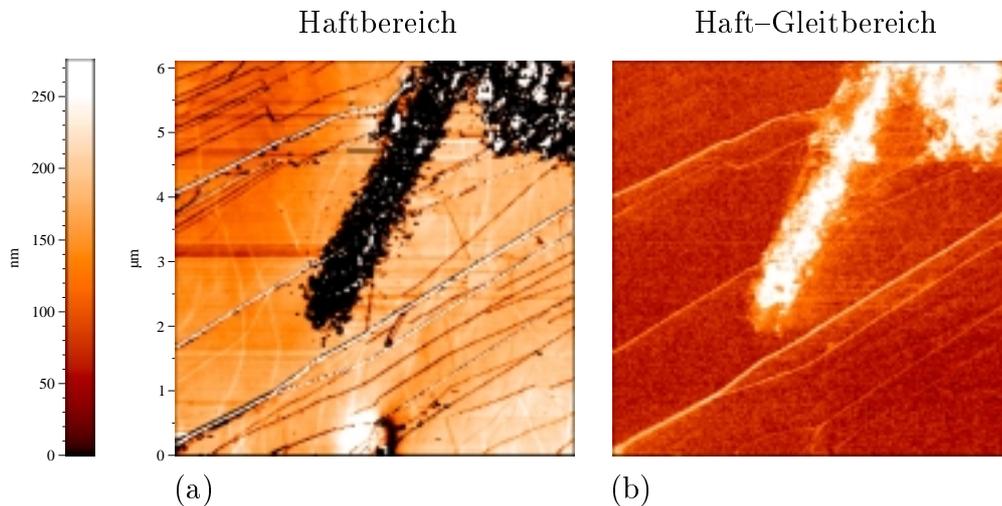


**Abbildung 5.3.:** Messungen auf HOPG in der Biegeresonanz. (a) Topographie (b) Haftbereich (lineare Bereich): Der Hebelarm haftet an der Probe bei geringen Modulationsamplituden der selben.

sichtbare Erhebung führt über kleine Frequenzverschiebungen der Biegeresonanz zu einem hell–dunkel Kontrast im Reibungsbild, die der Ableitung der verursachenden Oberflächenstruktur in Scan–Richtung entspricht. Die großen verschmutzten Bereiche (großer diagonal von oben ins Bild ragender *Finger*) in der Abbildung 5.3 verschieben die Resonanzfrequenz des Systems so stark gegenüber der festen Meßfrequenz, daß der Kontrast dort vollständig zusammenbricht (Abbildung 5.3b).

## 5.2. Reibungskontraste im Haft–Gleitbereich

Bei genügend großen Probenmodulationen durchläuft dagegen die Hebelarmspitze fortwährend Haft–Gleitzyklen, bei denen der beobachtete Bildkontrast (Abbildung 5.4b) der Dämpfung der Hebelarmoszillationen durch Reibungsverluste in der Gleitphase entspricht. Die Biegeresonanzkurve verbreitert sich dabei so stark, daß die relativ kleinen Frequenzverschiebung, wie sie durch Oberflächengradienten erzeugt werden, vernachlässigt werden können. So kommt es auf den freien HOPG–Oberflächen zu ausgeprägten Gleitbewegungen der Spitze, die zu den beschriebenen Reibungsverlusten führen und die Schwingungsamplitude des Hebelarms abnehmen lassen; der Bildkontrast nimmt ab. In Bereichen mit großer Dämpfung reduziert sich der Gleitanteil an der Haft–Gleitbewegung stark. Die Spitze gleitet z. B. in den stark verschmutzten Regionen von der Abbildung 5.4 kaum über die Oberfläche, so daß die Gleitreibungsverluste entsprechend gering ausfallen und größere Biegeschwingungen detektiert werden können. Im Haft–Gleitbereich kann der Reibungskontrast in der



**Abbildung 5.4.:** Vergleich der Reibungsbilder auf HOPG im Haft– und im Haft–Gleitbereich (selber Probenbereich wie in der Abbildung 5.3): (a) Haftbereich (b) Haft–Gleitbereich (nichtlinearer Bereich): Die Probenmodulation reicht aus, damit die Hebelarmspitze Haft–Gleitzyklen durchläuft.

Helligkeitskodierung der Reibungsbilder qualitativ wie folgt aufgefaßt werden: *hell* = niedrige Gleitreibungsverluste, *dunkel* = hohe Gleitreibungsverluste.

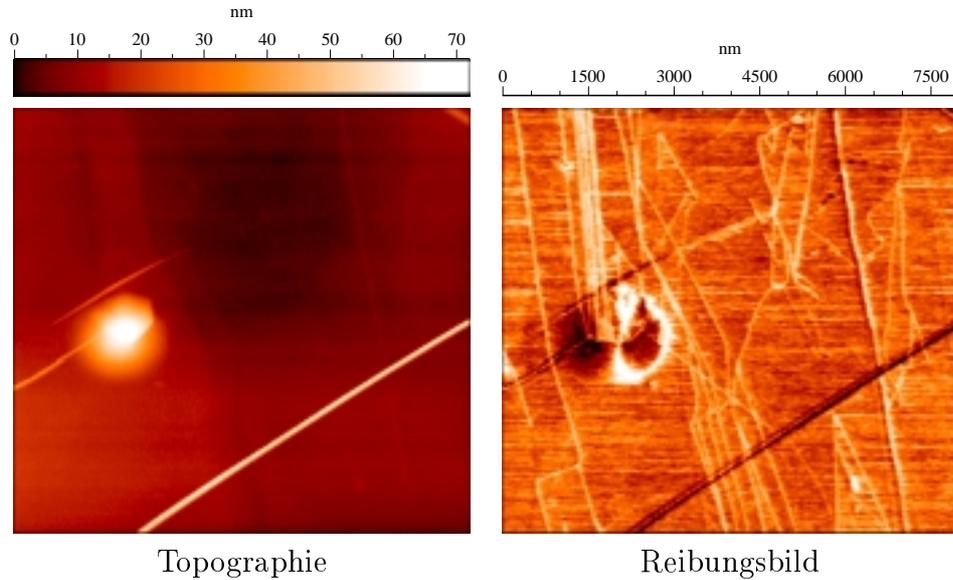
Die geringeren Güten der Resonanzkurven führen zu Bildern, die weniger empfindlich gegenüber Topographieeffekten sind. Lediglich ein paar hohe Stufen und Oberflächenverunreinigungen führen zu einem helleren Kontrast (vgl. Abbildung 5.4b). Der Einfluß von Kanten und Erhebungen auf die gemessenen Reibungsbilder wird umso geringer, je größer die Gleitphase gegenüber der Haftphase ausgeprägt ist. Darüberhinaus ist das Signal/Rauschverhältnis um einiges geringer als im Haftbereich.

Zwar kann in diesem Beispiel der Einfluß der Oberflächentopographie vernachlässigt werden (bis auf wenige Stufen und Verunreinigungen sind HOPG-Oberflächen sehr glatt), jedoch dominieren möglicherweise auf rauheren Oberflächen die Topographieeffekte die Reibungskontrastbildung. Wie bereits erwähnt kann man unter Ausnutzung der Oberflächentopographie den Reibungskontrast aus dem Bild extrahieren. Der Gradientenanteil im unteren Viertel von der Abbildung 5.4a, die die Erhebung in der Topographie erzeugt, kann mit dem im nächsten Abschnitt vorgestellten Verfahren kompensiert oder zumindest abgeschwächt werden.

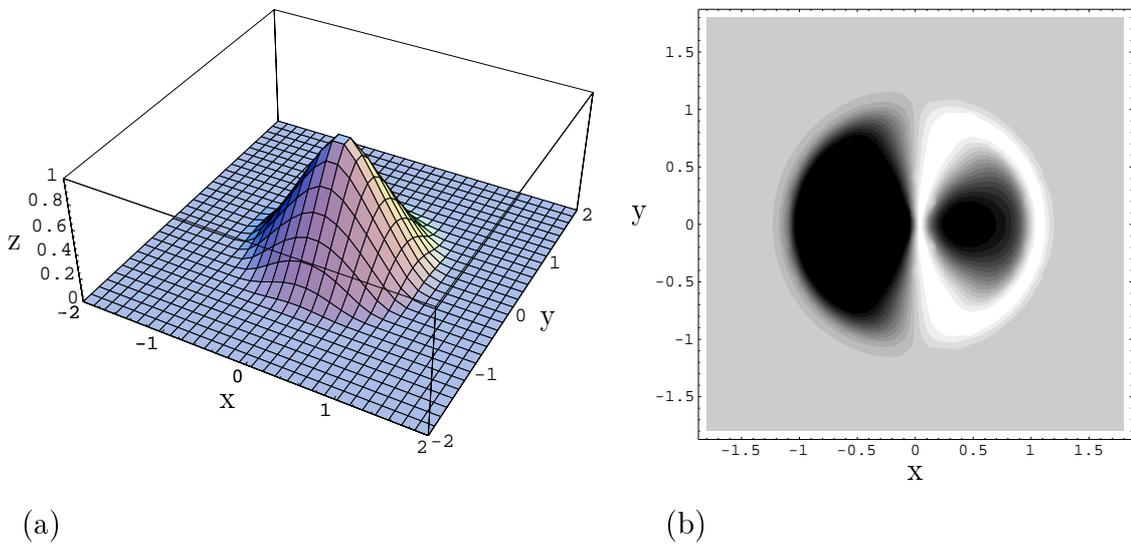
Die Interpretation von Bildern wird zusätzlich erschwert, wenn die Probenoberflächen starke Variationen der Reibungseigenschaften aufweisen (z. B. durch unterschiedliche Materialien) oder die Modulationsamplitude zu niedrig gewählt wurde und der Hebelarm ständig zwischen der linearen bzw. der nichtlinearen Oszillation wechselt. Um sicher zu gehen, daß man sich im Haft-Gleitbereich befindet, könnte man noch eine andere Modulationsfrequenz überlagern und das Auftreten der Intermodulationsschwingungen (vgl. Abschnitt 4.2 auf Seite 46) als Indikator betrachten.

### 5.3. Verfahren zur Entfernung von Topographieeffekten aus dem Reibungsbild

Die Abbildung 5.5 zeigt einen Bereich einer HOPG-Probe, der mit der Modulations-Reibungsmikroskopie im Ultrahochvakuum ( $10^{-9}$  mbar) aufgenommen wurde. Die Topographie wird von einem flachen Hügel und einer Falte dominiert. Daneben erkennt man noch einige kleinere Stufen und Falten. Im entsprechenden Reibungsbild treten deutlich mehr Details zu Tage. Anstelle des Hügels tritt eine zweigeteilte runde Struktur, an der großen Falte verschwindet der Abbildungskontrast vollständig und die kleineren Kanten sind hell hervorgehoben. An einer Nachbildung der Erhebung aus diesem Beispiel (Abbildung 5.6a) soll nun ein Verfahren zur Unterdrückung des Gradientenanteils im Reibungsbild vorgestellt werden, welches die oben beobachteten Verschiebungen der Resonanzfrequenzen bei unterschiedlichen Verkippungen der Probenoberfläche ausnutzt. Hierzu nimmt man an, daß sich die Resonanzfrequenz proportional zur Steigung der Oberfläche verschiebt.



**Abbildung 5.5.:** Beispiel einer gemessenen Topographie und dem dazugehörigen Reibungsbild. Die Messung erfolgte in der Biegeresonanz bei  $f_{\text{res}} = 62.7 \text{ kHz}$  auf HOPG.



**Abbildung 5.6.:** Nachbildung einer Erhebung, deren Profil (a) der Topographie aus der Abbildung 5.5 entspricht und der daraus berechnete Topographiegradientenanteil (b).

Zunächst berechnet man aus einer bekannten Topographie  $z_0(x, y)$  den Gradientenanteil  $r(x, y)$ . Die Probenverkipfung verursacht einen konstanten Beitrag zur Resonanzverschiebung, der sich durch den Abzug einer Ausgleichsebene  $E(x, y)$  von

der Topographie vermeiden läßt. Man erhält die bereinigten Topographiedaten

$$z(x, y) = z_0(x, y) - E(x, y) \quad . \quad (5.2)$$

Der Einfachheit halber kann man dadurch von einer gaußförmigen Resonanzkurve der Form

$$f_{\text{res}}(t) = \Lambda \cdot e^{-\frac{t^2}{2\beta^2}} \quad (5.3)$$

ausgehen, deren Maximum bei Null liegt. Aus der Topographie läßt sich numerisch ein Ableitungsbild in  $x$ -Richtung (der angenommenen Scan-Richtung) berechnen:

$$s(x, y) = \frac{\partial z(x, y)}{\partial x} \quad . \quad (5.4)$$

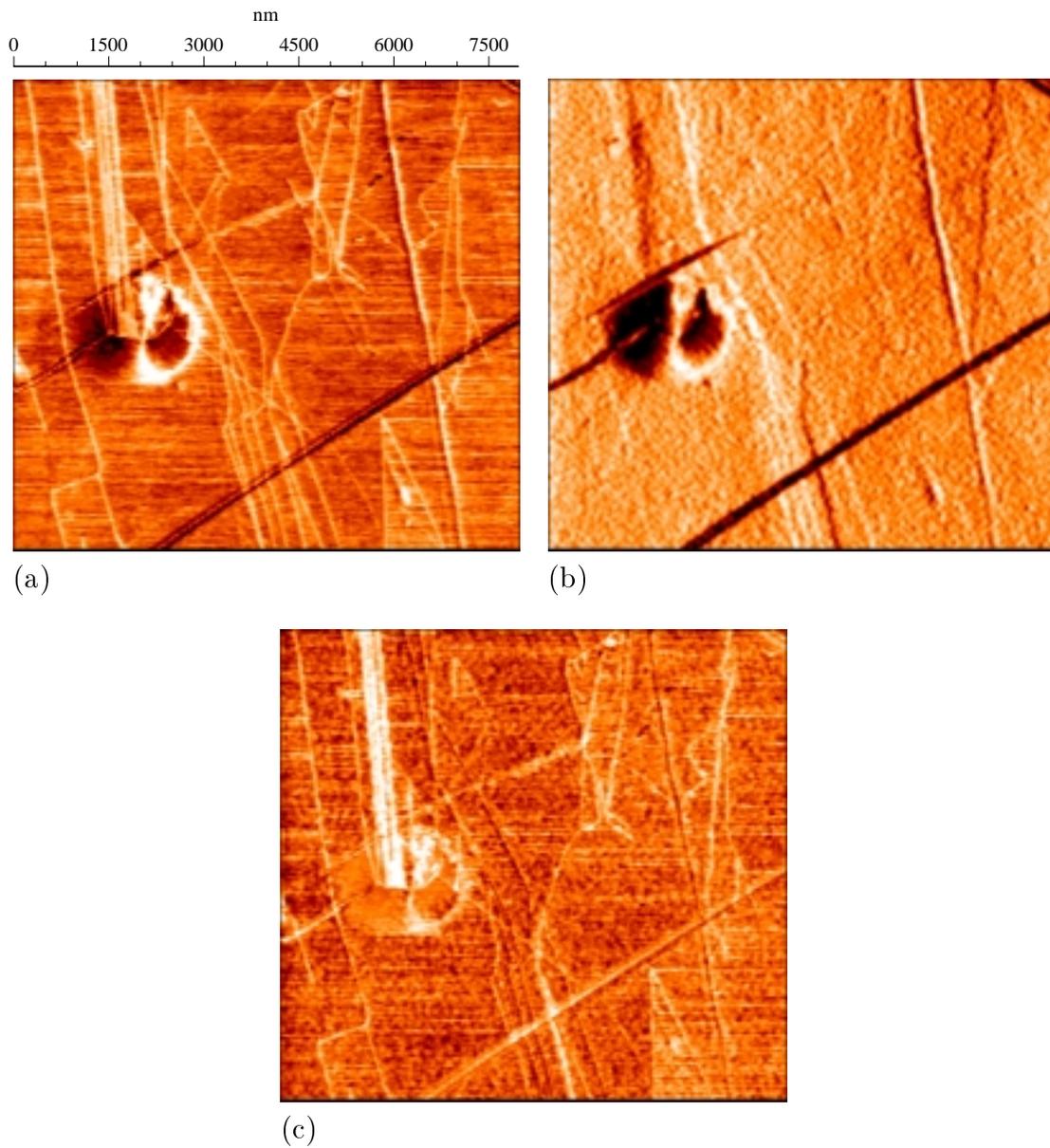
Der Gradientenanteil ergibt sich dann aus der Beziehung

$$r(x, y) = f_{\text{res}}(t(x, y)) \quad \text{mit} \quad t(x, y) = s(x, y) - \alpha \quad , \quad (5.5)$$

wobei  $\alpha$  den Arbeitspunkt auf der Resonanzkurve festlegt. Ferner muß die Form der Resonanzkurve mit den Parametern  $\Lambda$  und  $\beta$  justiert werden, um die Simulation im Kontrastumfang an das gemessene Reibungsbild anzupassen. Bearbeitet man den Hügel in der Abbildung 5.6a gemäß dieser Vorgehensweise, so erhält man den Gradientenanteil in der Abbildung 5.6b, welcher der Struktur aus dem gemessenen Abbildungskontrast im Bild 5.5 entspricht.

Bei Anwendung des Verfahrens auf gemessene Topographiedatensätze muß in diesen vor Bildung der Ableitung in Scan-Richtung durch Filterung das Rauschen reduziert werden. Ansonsten tritt durch die Berechnung der Ableitung eine Verstärkung der Bilddetails auf und der Rauschanteil wird ebenfalls unnötig hervorgehoben. Am Besten bereinigt man die Topographie mit Hilfe eines digitalen Tiefpasses und der anschließenden Anwendung eines Mittelwertfilters. In den Abbildungen 5.7a und 5.7b sind das gemessene und das berechnete, im Kontrast angepaßte Reibungsbild gegenübergestellt. Der aus der Topographie ermittelte Gradientenanteil gibt die beherrschenden Artefakte gut wieder, die kleineren Details im gemessenen Reibungsbild haben offenbar andere Ursachen. Deutlich wird dies, wenn man beide voneinander abzieht (Abbildung 5.7c): Der im gemessenen Reibungsbild dominante Hügel und die Falten in der Oberfläche (hell hervorgehoben in der Topographie von der Abbildung 5.5) werden deutlich abgeschwächt. Ferner fällt auf, daß einige Kanten im Bild fast völlig verschwinden, jedoch andere noch gut zu erkennen sind. Vermutlich sind diese Kanten zusätzlich mit Adsorbaten belegt, mit denen die Meßspitze dort stärker wechselwirkt. Ein Indiz hierfür sind die zahlreichen horizontalen Streifen, die vor allem von Kanten ausgehen und sich im Verlauf der Zeile abschwächen (vgl. Abbildung 5.7c unten rechts). Offenbar werden hier geringfügige Verunreinigungen von der Tastspitze mitbewegt.

Bei dem hier vorgestellten Berechnungsverfahren bleibt unberücksichtigt, daß sich die Resonanzkurve im Laufe der Messung lokal ständig ändert. Dies spielt besonders



**Abbildung 5.7.:** Berechnung des Reibungskontrasts aus einer gemessenen Topographie am Beispiel der Messung aus der Abbildung 5.5: (a) gemessenes Reibungsbild, (b) berechneter Topographiegradientenanteil, (c) Differenz von (a) und (b).

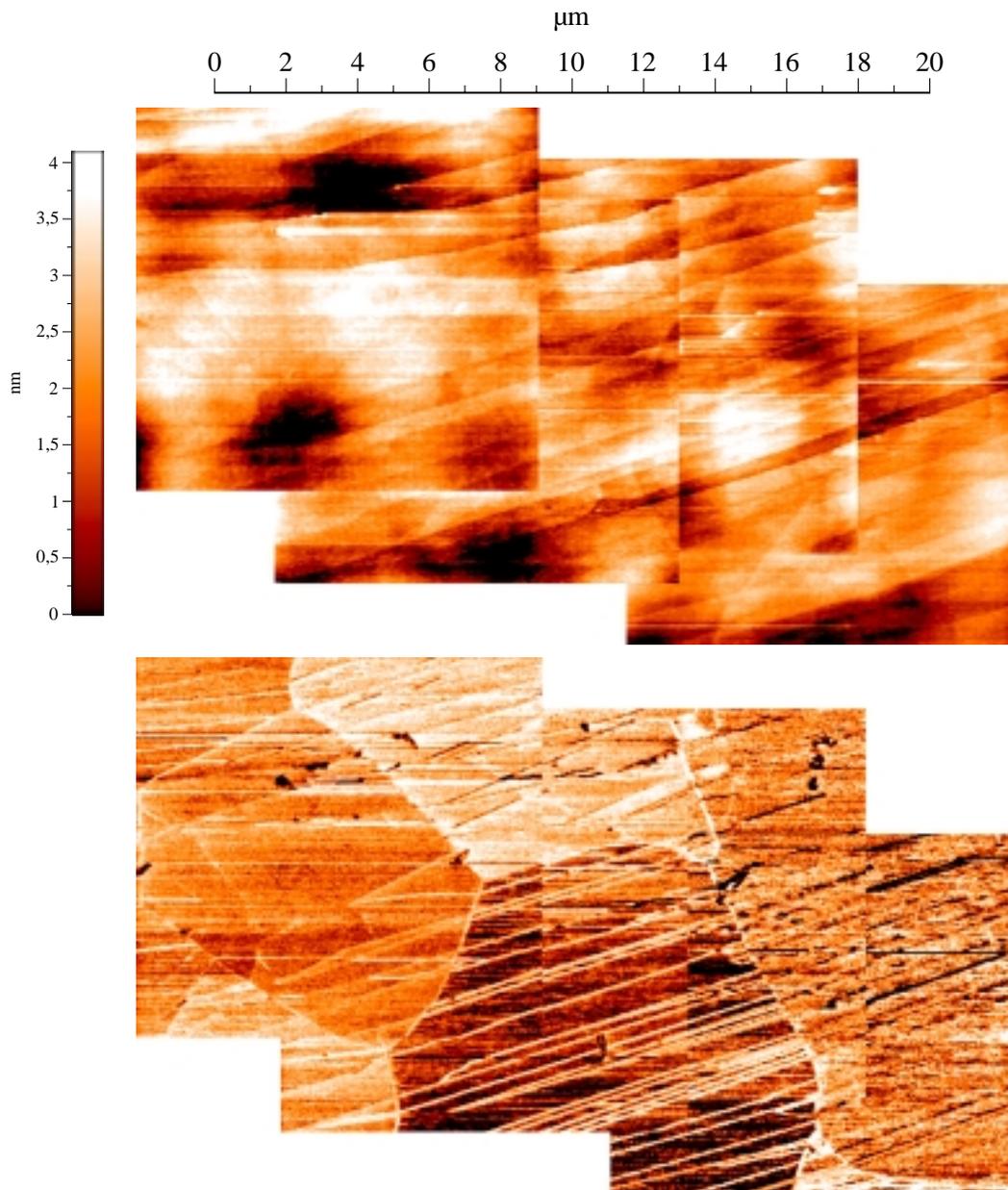
bei unterschiedlichen Materialien eine große Rolle, da hier stark unterschiedliche Resonanzkurven bezüglich Breite, Position und Resonanzüberhöhung zu erwarten sind. Idealerweise müßte für jeden Meßpunkt die Resonanzkurve bekannt sein, um den Topographieeinfluß rechnerisch entfernen zu können. Leider ist dies zur Zeit mit der vorhandenen instrumentellen Ausstattung nicht möglich, doch im Anhang B.2 auf Seite 97 wird eine Lösung des Problems vorgeschlagen.

## 5.4. Einfluß der Kristallorientierung

Rasterkraftmikroskopische Bildaufnahmen mit atomarer Auflösungen (Scan-Bereich:  $2 \times 2 \text{ nm}^2$ ) zeigen, daß durch die Struktur der Oberfläche Haft-Gleitbewegungen im atomaren Maßstab hervorgerufen werden [23, 78, 79]. Bei optimal gewählter Auflagekraft der Tastspitze entstehen vorwiegend Haft-Gleitzyklen, deren Periodizität durch die Wechselwirkung mit dem Kristallgitter der Oberfläche beeinflusst wird. Dennoch sollten auch die periodischen Haft-Gleitzyklen des modulierten Hebelarms unter Umständen ein von der Periodizität des Gitters hervorgerufenes Signal überlagert haben. Diese höherfrequenten Anteile können aber mit den bisherigen Meßmodi (Modulation direkt in der Biegeresonanz des Hebelarms bei etwa 60 kHz) mittels des Lock-In-Verstärkers nicht mitgemessen werden. Durch eine Modifikation des Meßmodus, wenn man mit dem Lock-In-Verstärker in der Biegeresonanzfrequenz  $f_{\text{res}}$  des Hebelarms mißt, jedoch die Probe nur mit einem Bruchteil dieser Frequenz moduliert, lassen sich diese Anteile als ganzzahlige Vielfache der Modulationsfrequenz messen. Regt man z. B. bei einem Drittel der Resonanzfrequenz an, wird vereinfacht von einer  $f_{\text{res}}/3$ -Modulationsmessung gesprochen. Erste Untersuchungen mit diesem Verfahren wurden auf HOPG durchgeführt. Um einen größeren Bereich abzudecken, wurden mehrere Einzelmessungen innerhalb mehrerer Stunden erfaßt und später zusammengesetzt.

Die Topographie der Oberfläche weist in der Abbildung 5.8, wie zu erwarten, nur geringe Unebenheiten auf (maximal 5 nm auf einer Fläche von ca.  $250 \mu\text{m}^2$ ) und man erkennt die für HOPG typischen Stufenstrukturen. Im korrespondierenden Reibungsbild sind aber große flächige, kornartige Strukturen zu beobachten. Die diagonal verlaufenden Kanten werden möglicherweise durch Adsorbat stärker hervorgehoben. Dafür sprechen auch die horizontalen Streifen, die an Kanten oder den Übergängen zwischen den Bereichen starten bzw. abbrechen. Hier werden wohl einzelne Partikel von der Tastspitze während der Rasterbewegung mitgezogen. Eine unterschiedliche Probenneigung scheidet als Ursache des Kontrasts zwischen den einzelnen Bereichen aus, da in der Topographie nichts Vergleichbares zu entdecken ist.

Da der Lock-In-Verstärker die höheren Frequenzanteile in Form von Oberschwingungen erfaßt und diese ausgekoppelten Frequenzen offensichtlich von der atomaren Periodizität des Gitters abhängen, erscheint die Orientierung des Kristallgitters im Reibungssignal entsprechend mit unterschiedlicher Signalstärke. Über die Gestalt eini-



**Abbildung 5.8.:** Das aus Einzelmessungen zusammengesetzte Gesamtbild zeigt mehrere Körner auf HOPG. Oben: Topographie. Unten: Im Reibungsbild, das mit einer Modulationsfrequenz von  $f_{\text{res}}/3$  erzielt wurde, liefern die einzelnen Körner des Graphitkristalls unterschiedliche Kontraste.

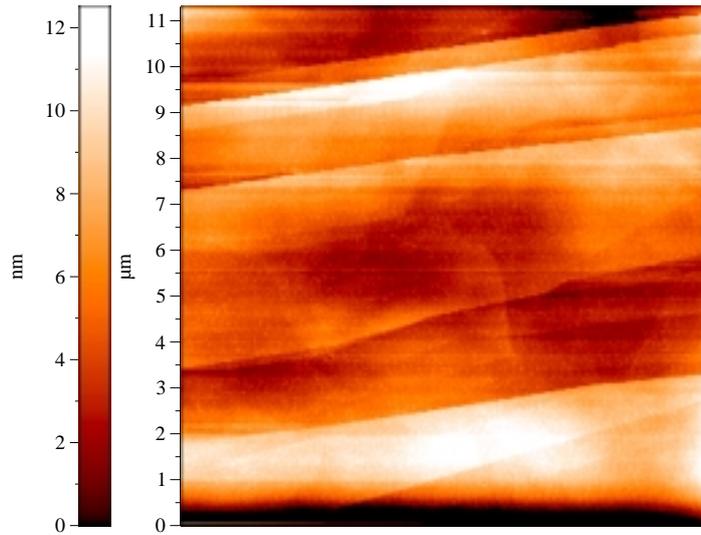
ger Körner und abknickende Stufen an den Korngrenzen könnte dabei auf die Ausrichtung des Kristallgitters im Einzelfall geschlossen werden. Weiterführende Aussagen über die tatsächliche Orientierung des Gitters bei unregelmäßig geformten Körnern (siehe auch Abbildung 5.10) sind bisher noch nicht möglich. Im Prinzip müßte sich die Kristallorientierung der Körner jedoch mit vergleichenden Tunnelmikroskopieaufnahmen mit atomarer Auflösung feststellen lassen. Mit dem vorgestellten Modulationsverfahren können einzelne Körner auf Graphit erstmals mit Hilfe der Reibungsmikroskopie großflächig dargestellt und differenziert werden (Scan-Bereich  $\sim 10 \times 10 \mu\text{m}^2$ ).

#### 5.4.1. Anregung bei ganzzahligen Bruchteilen der Biegeresonanzfrequenz

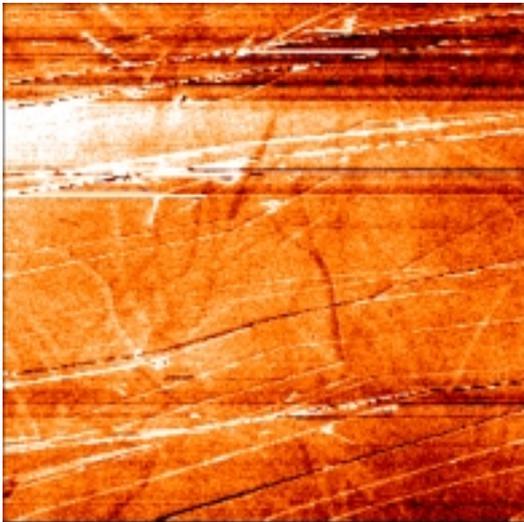
In wieweit der Kontrast bezüglich der Kristallorientierung noch verbessert werden kann soll im folgenden eine Untersuchung und Verallgemeinerung der oben beschriebenen  $f_{\text{res}}/3$ -Modulationstechnik zeigen. Um eine genügend hohe Empfindlichkeit zu erhalten, wählt man die Anregungsfrequenz dabei so, daß eine Harmonische der Anregung in die Biegeresonanz des Hebelarms fällt, bei der dann die Schwingungsamplitude des Hebelarms gemessen wird. Die Probenmodulation erfolgt demnach bei ganzzahligen Bruchteilen der Biegeresonanzfrequenz  $f_{\text{res}}$ . Dies führt dann allgemein zu  $f_{\text{res}}/n$ -Modulationsmessungen. Eine  $f_{\text{res}}/1$ -Messung entspricht damit der bisher beschriebenen Reibungsmessung in der Biegeresonanz des Hebelarms. Am Beispiel der Bilderserie (Abbildung 5.9), die auf einem Bereich einer HOPG-Oberfläche gemessen wurde, lassen sich die wesentlichen Resultate dieser Modulationstechnik darstellen:

- Die Topographie der HOPG-Probe zeigt die üblichen Strukturen, wie wenige Nanometer hohe Stufen, die über eine nahezu atomar glatte und weitgehend saubere Oberfläche verlaufen.
- Topographische Stufenstrukturen liefern meßbare Beiträge zu den Reibungsbildern, die aber bei harmonischen Frequenzanteilen höherer Ordnung immer weiter abnehmen. Da jetzt bei ganzzahligen Bruchteilen der Biegeresonanz angeregt wird, nimmt der Anteil der Grundschiwingung immer weiter ab, je geringer die Modulationsfrequenz der Probe ist (d. h. bei großen Werten für  $n$  in den  $f_{\text{res}}/n$ -Messungen). Der topographiebedingte Kraftgradient beeinflußt die Federeigenschaften immer weniger (vgl. Gleichung (5.1)). Andererseits sind Kanten und Stufen häufig mit Adsorbaten belegt, die zu einer größeren Wechselwirkung mit der Tastspitze führen und die entsprechenden Kanten im Bild dann doch deutlich hervortreten.
- Im  $f_{\text{res}}/1$ -Modus sind die flächigen Bereiche nicht erkennbar. Ihr Beitrag zu den Reibungsverlusten ist wohl zu gering, um auf das Meßsignal einen Einfluß auszuüben. Ein Grund ist, daß die angeregten Hebelarmschwingungen, bei gleicher

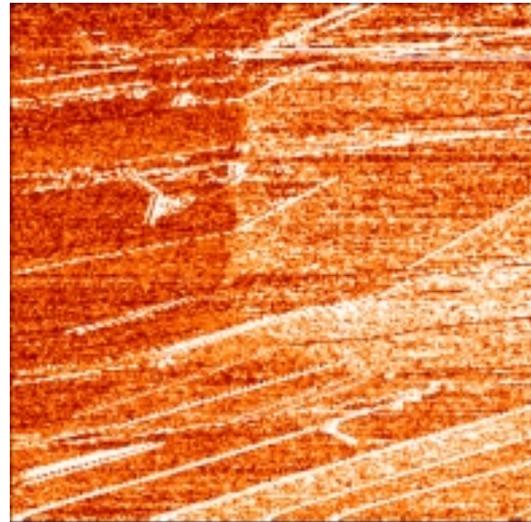
**Abbildung 5.9.:** Reibungsbilder bei Probenmodulationen mit unterschiedlichen Bruchteilen der Biegeresonanzfrequenz auf HOPG und die dazugehörige Topographie. Die Messungen der Reibungsbilder erfolgten in der Biegeresonanz bei  $f_{\text{res}} = 59.09$  kHz.



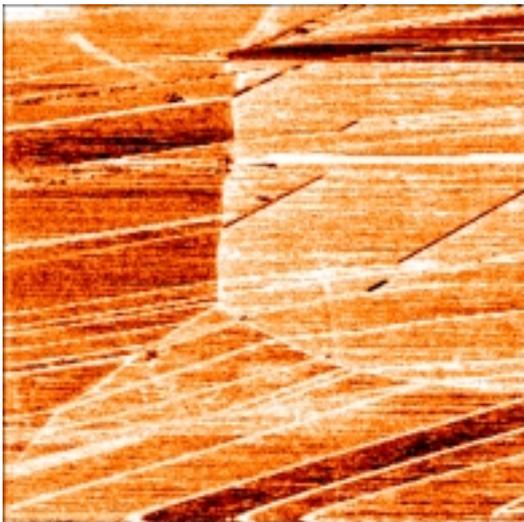
Topographie



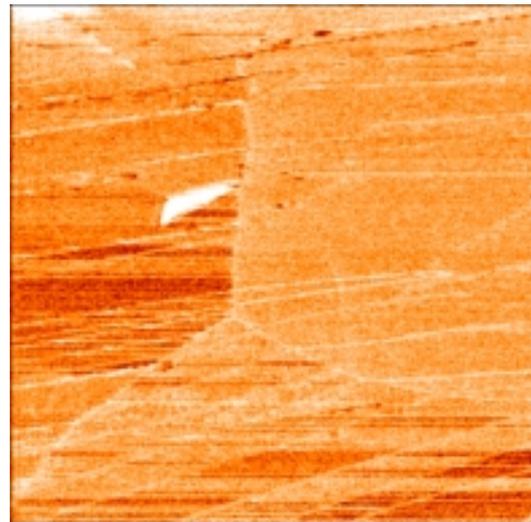
$f_{\text{res}}/1$



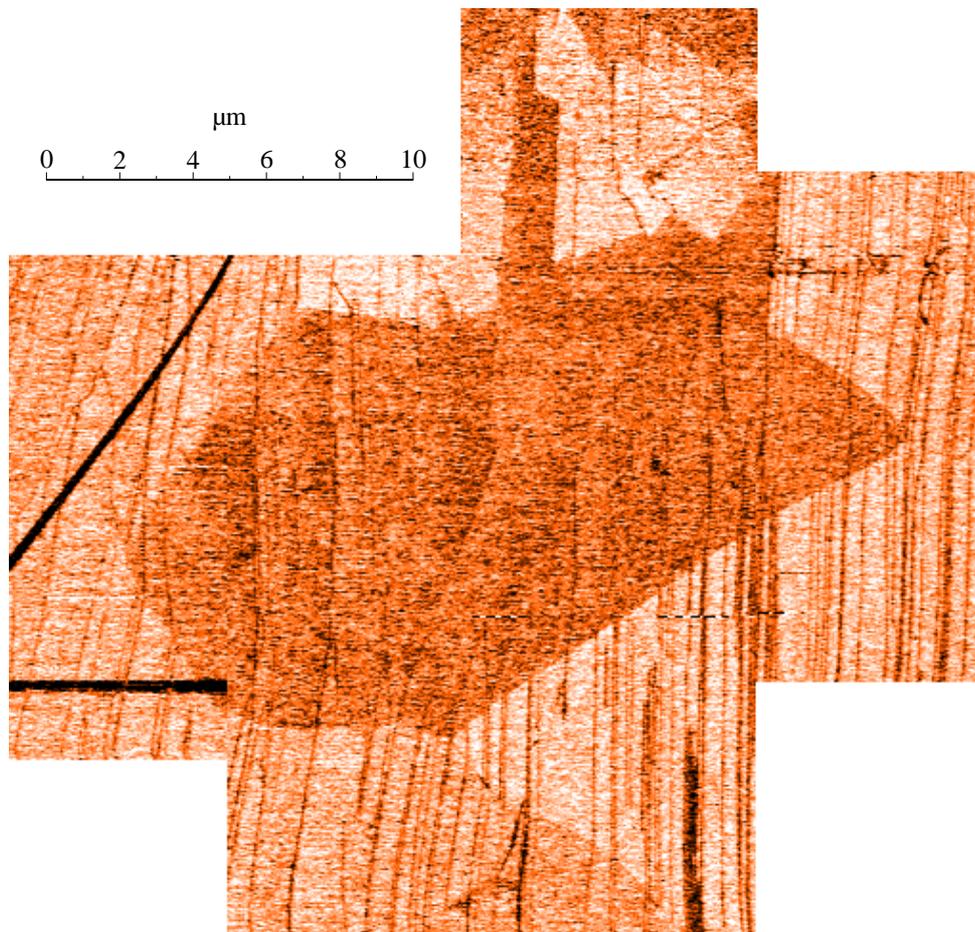
$f_{\text{res}}/2$



$f_{\text{res}}/3$



$f_{\text{res}}/5$



**Abbildung 5.10.:** Diese Reibungsaufnahme besteht aus mehreren Einzelbildern, die jeweils im  $f_{\text{res}}/5$ -Modus auf HOPG gemessen wurden. Die verschiedenen Körner sind erneut gut zu erkennen.

Modulationsamplitude, hier um den Faktor 10 größer sind als bei den anderen Messungen dieser Serie (Resonanzfall !). Dies wiederum führt zu relativ starken Modifikationen der Probenoberfläche und man erkennt, daß deswegen in der Abbildung 5.9 ( $f_{\text{res}}/1$ -Modus) die meisten großflächigen Abbildungskontrastvariationen auftreten.

- Im Gegensatz zu den anderen Reibungsbildern dieser Serie zeigt die Aufnahme im  $f_{\text{res}}/2$ -Modus einen deutlich höheren Rauschanteil. Beim  $f_{\text{res}}/4$ -Bild ist fast nur Rauschen zu erkennen, so daß auf eine Abbildung verzichtet wurde.
- Auf den Modulationsbildern, bei denen die Probe mit  $f_{\text{res}}/3$  bzw.  $f_{\text{res}}/5$  angeregt wurde, sind ausgeprägte flächige Strukturen zu beobachten (siehe auch Abbildung 5.8 und Abbildung 5.10), bei denen es sich offenbar um einzelne

Körner handelt, deren hexagonale Struktur gut zu erkennen ist. Der Abbildungskontrast innerhalb eines Bereichs erscheint relativ homogen, wenn man einmal von den HOPG-typischen Stufenstrukturen absieht. Bemerkenswert ist, daß besonders gute Kontraste bei HOPG zustande kommen, wenn die Probe mit ungeraden, ganzzahligen Bruchteilen der Resonanzfrequenz moduliert wird. Scheinbar ist die Art der Oberflächenwechselwirkung für die Bevorzugung der unterschiedlichen Frequenzanteile verantwortlich. Bei HOPG kann die Kraftwechselwirkung mit der Spitze einer Kurvenform mit geraden Symmetrieeigenschaften entsprechen (z. B. Sinuskurve und ihre Fourierentwicklung), so daß hauptsächlich ungerade Vielfache einer Grundfrequenz zum Tragen kommen.

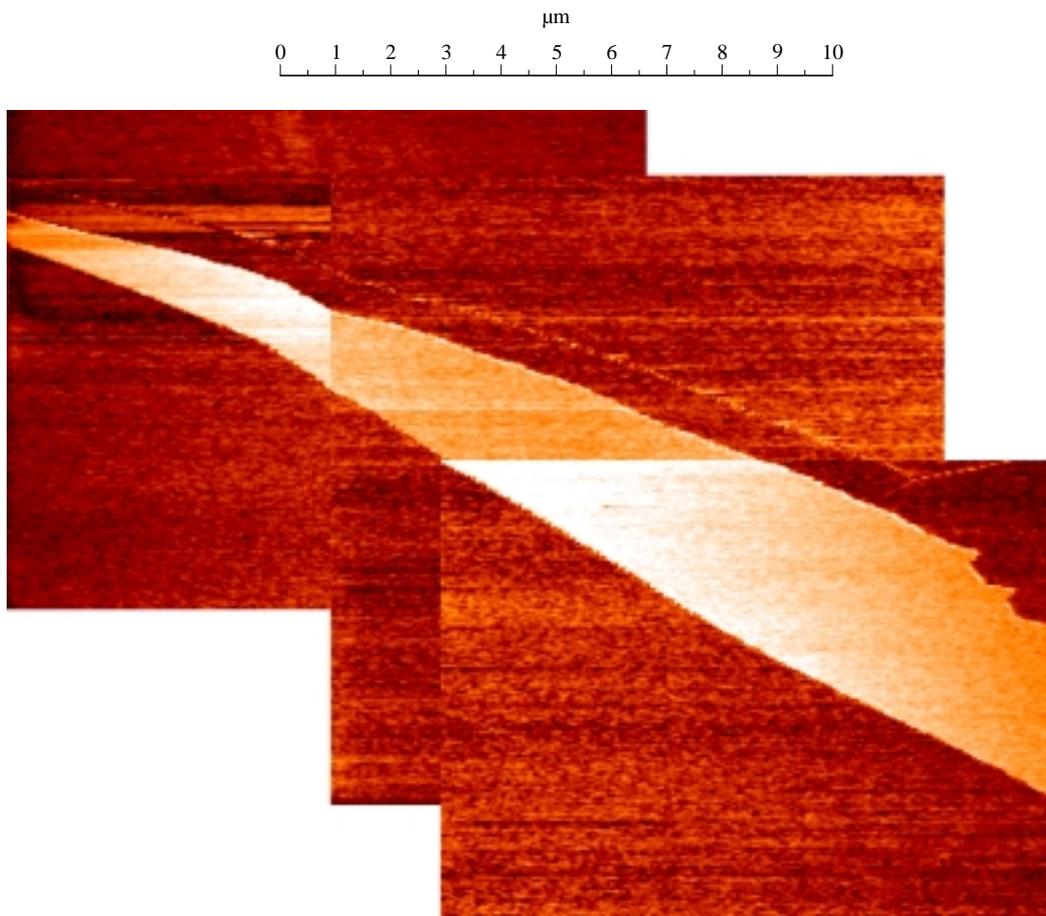
- Das Meßsignal sollte deutlich kleiner werden bzw. verschwinden, wenn die periodische Struktur der Oberfläche (z. B. Verunreinigungen durch Adsorbate) verdeckt wird. Tatsächlich ist etwas Ähnliches im  $f_{\text{res}}/3$ -Bild (oberes Viertel) zu erkennen: Dort bricht das Reibungssignal zusammen, da Schmutz von einer Kante mittransportiert wird (siehe Kapitel 6). Streifige Bereiche sind an der selben Stelle auch im  $f_{\text{res}}/1$ - und  $f_{\text{res}}/2$ -Modus auszumachen.

### 5.4.2. Kristallorientierungskontrast bei weiteren Proben

#### Molybdädisulfid

Bei der Untersuchung von  $\text{MoS}_2$ -Oberflächen können mit dem hier vorgestellten Verfahren zwei aufeinanderfolgende S-Mo-S Lagen im Reibungsbild deutlich unterschieden werden (Abbildung 5.11). Die Topographie der Oberfläche erscheint zunächst völlig eben, so daß herkömmliche Verfahren in der Regel versagen. Legt man an dem vermuteten Schichtübergang viele Schnitte nebeneinander und mittelt diese, so kann man jedoch einen Höhenunterschied identifizieren, der höchstens einer Lage S-Mo-S entspricht (Abbildung 5.12).

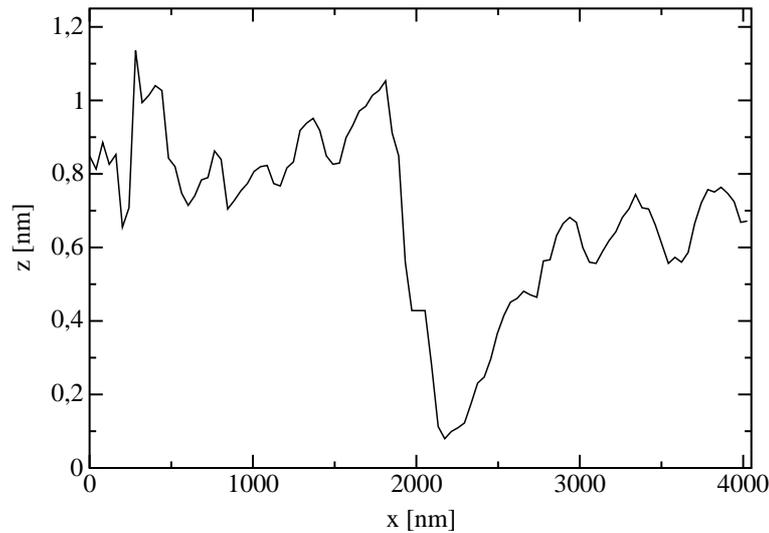
Wie im Abschnitt 3.5.3 auf Seite 32 beschrieben sind die einzelnen Stapel aus S-Mo-S um  $180^\circ$  zueinander gedreht und die Schwefelatome weisen je nach Schicht eine unterschiedliche Vorzugsneigung in die jeweils andere Richtung auf. Für die Modulationsbewegung müßte dies unerheblich sein und zwei übereinanderliegende Schichtstapel dürften sich nicht unterscheiden. Außerdem hängt der Kontrastunterschied zwischen den einzelnen Lagen der  $\text{MoS}_2$ -Probe nicht von der Rasterrichtung ab. Bei entsprechenden Messungen an einem identischen Ausschnitt sowohl in als auch entgegen der Scan-Richtung kann deshalb keine Kontrastumkehr realisiert werden. Eigentlich sollte man dies auch erwarten, da die Relativbewegung zwischen Probe und Spitze (Millimeter pro Sekunde) um drei Größenordnungen über der Rastergeschwindigkeit (Mikrometer pro Sekunde) liegt (vgl. Anhang B.1 auf Seite 97). Durch die Neigung der Probenoberfläche gegenüber der Hebelarm längsachse erfolgt die Modulation nicht vollkommen symmetrisch. Möglicherweise ist dies die Ursache der Kontrastunterschiede zwischen den einzelnen  $\text{MoS}_2$ -Lagen. Das Problems kann jedoch unter Umständen



**Abbildung 5.11.:** Reibungsbild verschiedener Schichten auf einer MoS<sub>2</sub>-Oberfläche. Der hellere Bereich ist eine tiefer liegende S–Mo–S Lage, die sich im Kontrast von der Oberfläche deutlich abhebt. Die Aufnahme erfolgte bei einer Probenmodulationsfrequenz von  $f_{\text{res}}/2$ .

mit Hilfe einer inhomogen geformten Kontaktfläche der Spitze erklärt werden, die zu einer asymmetrischen Modulationsbewegung führt und so eine Kontrastdifferenz zwischen den einzelnen Lagen zustande kommt.

Im Gegensatz zu den oben behandelten HOPG-Proben resultieren optimale Kontrastunterschiede im Reibungsbild von Molybdändisulfid bei Anregungsfrequenzen von  $f_{\text{res}}/2$  und  $f_{\text{res}}/3$ . Die  $f_{\text{res}}/3$ -Messungen weisen dabei ein etwas schlechteres Signal/Rauschverhältnis auf. Im Falle von MoS<sub>2</sub> weist die Wechselwirkung möglicherweise eine ungerade Symmetrie auf (z. B. Sägezahnkurve und ihre Fourierentwicklung) und entsprechend wären die geraden Vielfachen der Grundfrequenz ebenfalls enthalten. Auf Basis der im Abschnitt 2.3 beschriebenen Verfahren sollte es in Zu-



**Abbildung 5.12.:** Schnitt durch die Kante des Kontrastübergangs in der Topographie zur Abbildung 5.11. Es wurde über 38 Schnitte gemittelt.

kunft möglich sein Simulationsmodelle zu entwickeln, mit denen die Abhängigkeit der Hebelarmschwingungsamplitude von der Gitterkonstante der Probe und von der resultierenden Kurvenform der Modulationsbewegung gezeigt werden kann.

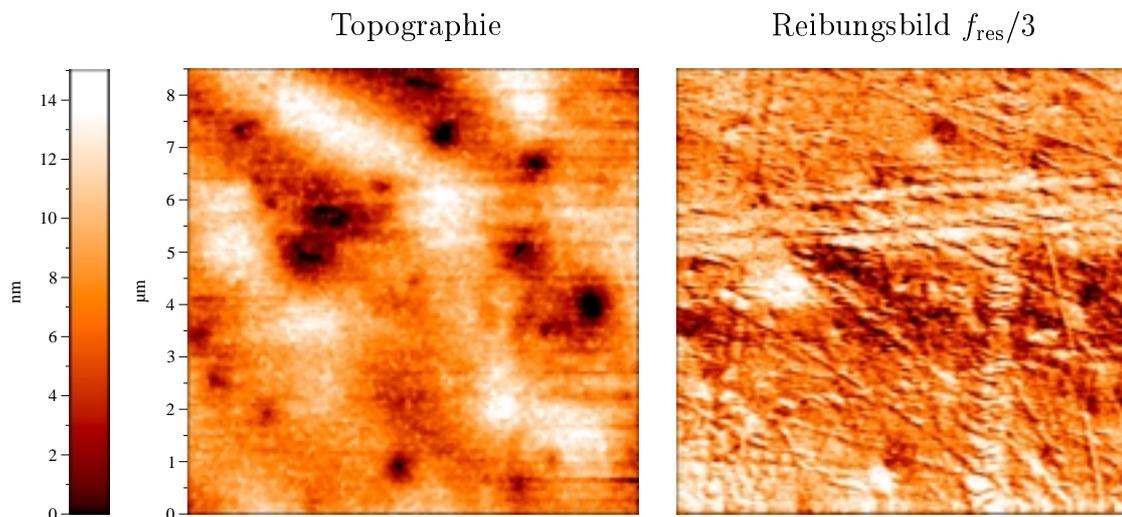
### Yttrium dotiertes Zirkondioxid

In einem anderen Zusammenhang wurden auch Proben aus Yttrium dotiertem Zirkondioxid (YSZ<sup>1</sup>) untersucht<sup>2</sup> und es zeigten sich auch hier Hinweise auf verschiedene Kristallorientierungen auf den Oberflächen des Materials. Bei den Proben handelte es sich um YSZ-Einkristalle mit (100)-Orientierung, deren Oberfläche mit Aluminiumoxidpolitur mit einer minimalen Korngröße von 50 nm poliert wurde.

Auf der Topographie in der Abbildung 5.13 erkennt man hauptsächlich einige flache Erhebungen und Senken, die vermutlich durch eine Plasmareinigung der Oberfläche hervorgerufen wurden. Im Reibungsbild sind darüberhinaus noch streifige Strukturen verschiedener Breite zu erkennen, die ein Rippenmuster aufweisen. In der Topographie sind die Streifen als niedrige Wälle andeutungsweise ebenfalls auszumachen. Beim Polieren der Oberfläche werden Aluminiumoxidstaubpasten verschiedener Körnung eingesetzt; vermutlich sind dadurch die Bahnen unterschiedlicher Breite bei diesem Bearbeitungsschritt entstanden. Die minimale Breite der Streifen liegt, in Übereinstimmung mit der minimalen Polierkorngröße, bei etwa 50 nm. Bei dem Rippenmuster könnte es sich um Kristalldefekte im Zirkonoxid handeln, die die Härte

<sup>1</sup>Yttria Stabilized Zirconoxid: ZrO<sub>2</sub> mit 9% Yttrium-Dotierung.

<sup>2</sup>Die YSZ-Kristalle wurden zur Verfügung gestellt vom *Institut für Physikalische Chemie*, Heinrich-Buff-Ring 58-62, 35392 Gießen.



**Abbildung 5.13.:** Eine Aufnahme einer YSZ-Oberfläche. Bei den gestreiften Bahnen handelt es sich möglicherweise um Kristalldefekte im  $\text{ZrO}_2$ , die beim Polieren der Oberfläche entstanden sind. Die Proben werden mit Aluminiumoxidstaubpaste verschiedener Körnung bearbeitet, deshalb sind auch Spuren mit unterschiedlicher Breite zu sehen.

dieses Bereichs erhöht haben und deshalb beim darauffolgenden Polierschritt lediglich das umliegende Material entfernt wurde. Übrig blieben die leicht erhabenen Streifen, die in der Topographie zu beobachten sind.

### 5.4.3. Mögliche Erweiterung der Apparatur zur Untersuchung des Kristallorientierungskontrasts

Zum besseren Verständnis des Orientierungskontrasts wäre es nützlich, den Aufbau des Mikroskops so zu verändern, daß es möglich wird, einen Einkristall während der Messung zu drehen, um dann die Variation der Schwingungsamplitude des Hebelarms in Abhängigkeit von der Probenausrichtung zu messen. Ferner sollten auch noch Resonanzkurven bei verschiedenen Drehwinkeln aufgenommen werden. Leider ist es technisch unmöglich, die Tastspitze im Submikrometerbereich exakt über dem Drehzentrum der Probe zu positionieren bzw. die Probenoberfläche absolut senkrecht zur Höhenregelung des Meßkopfs auszurichten. Beim Drehen der Probe wird sich demnach immer eine nicht unerhebliche Abstandsänderung zwischen dem Hebelarm und der zu untersuchenden Oberfläche ergeben, die nicht ohne weiteres nachgeregelt werden kann. Man muß deshalb bevor eine Probendrehung durchgeführt wird die Tastspitze von der Oberfläche entfernen und danach mit der selben Andruckkraft wieder aufsetzen, um Fehler zu unterdrücken. Will man die aufwendigen Modifikationen der Apparatur vermeiden (Erweiterung des Probenstisches um eine UHV-taugliche Drehvorrichtung), so kann man vielleicht schon brauchbare Resultate erhalten, wenn man

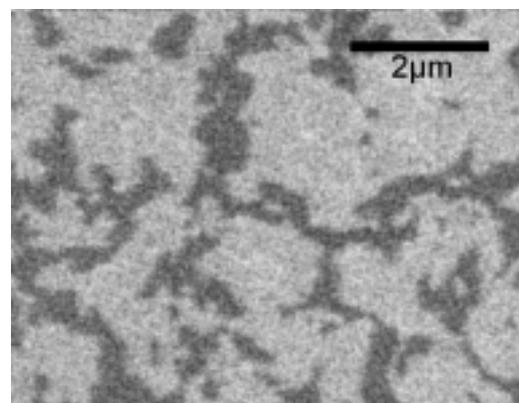
die Modulationsrichtung der Probe verändert. Dies kann durch den Einbau eines zweiten Scherpiezos in den Probenhalter geschehen, der um  $90^\circ$  zum ersten Piezo verdreht ist. Verfälschungen der Ergebnisse könnten dann jedoch dadurch geschehen, daß nun nicht immer parallel zur Hebelarm-Längsachse moduliert wird, sondern auch in einer Komponente senkrecht dazu und so störende Torsionsschwingungen angeregt werden.

## 5.5. Materialkontrast

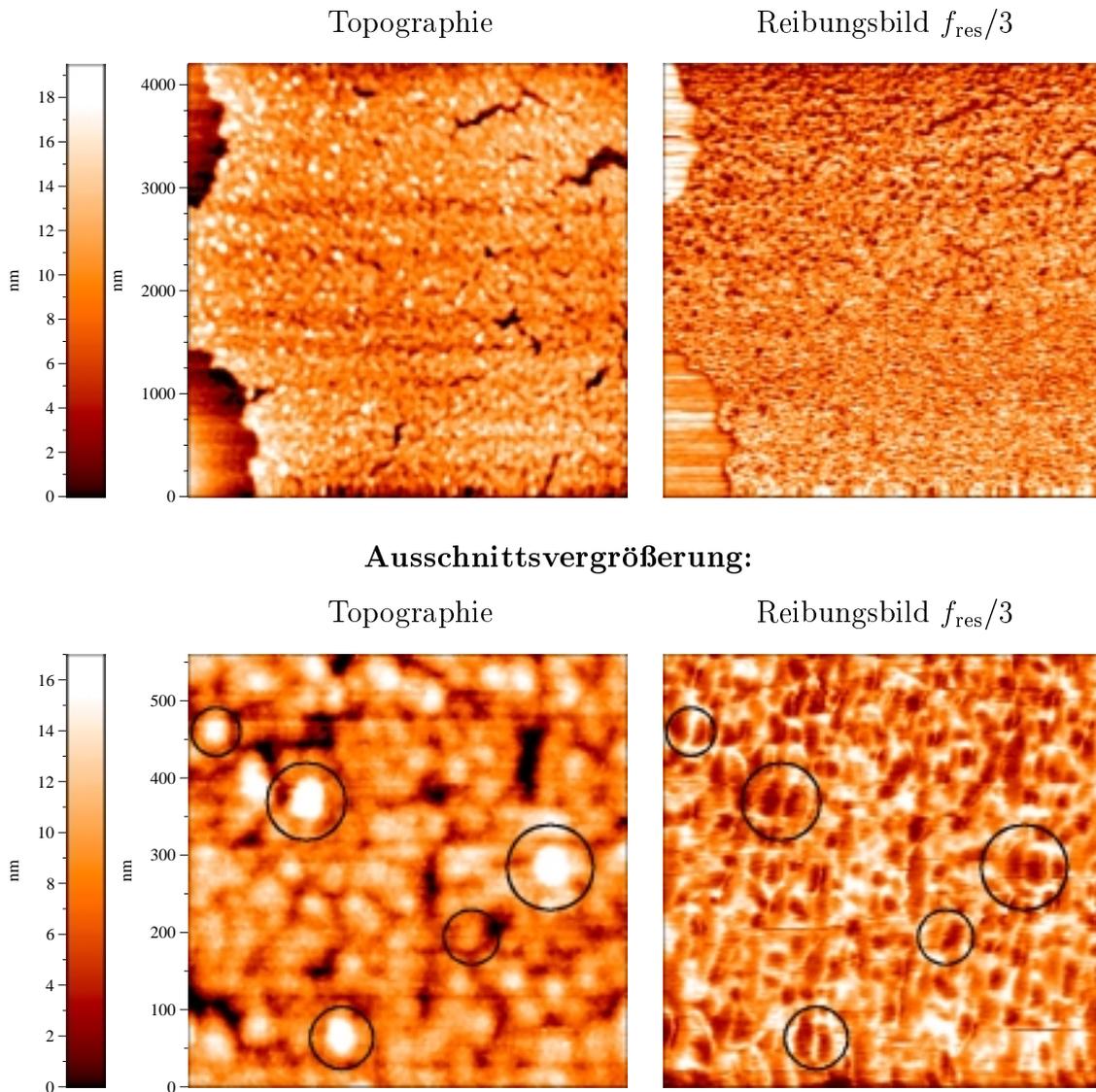
Auch unterschiedliche Materialien mit verschiedenen Gitterkonstanten, wie z. B. dünne Goldschichten [80, 81] auf HOPG-Substraten wurden mit dem Reibungsmikroskop untersucht. Das Gold wurde entsprechend der Beschreibung im Abschnitt 3.5.4 auf Seite 33 im Vakuum auf das Graphit aufgedampft. Danach sind einige Proben thermisch behandelt worden (vgl. Abschnitt 3.4.1 auf Seite 20), bevor eine Analyse im Reibungsmikroskop erfolgte. Die hier erzeugten Goldschichten weisen auf dem Substrat einen kontinuierlichen Übergang in der Dicke auf. Am besten wählt man einen Bereich, in dem die Goldlage so dünn ist, daß sich Risse gebildet haben und das darunterliegende Graphitsubstrat zum Vorschein kommt. Damit besteht nun die Möglichkeit, gleichzeitig HOPG und Gold zu untersuchen.

### Scheinbarer Materialkontrast

Die Abbildung 5.14 zeigt eine ungetemperte Goldschicht auf einer HOPG-Probe. In der oberen Zeile der Abbildung erkennt man die Topographie und das dazugehörige Reibungsbild eines Bereichs der Oberfläche. Die flachen Graphitbezirke in den linken Ecken lassen sich gut von der Goldschicht unterscheiden. In der zweiten Zeile ist eine Ausschnittsvergrößerung aus der Mitte des Bereichs dargestellt. Die Vergrößerung zeigt, daß der scheinbare Materialkontrast in Wirklichkeit durch die granulartige Oberfläche der Goldschicht verursacht wird, die ein topographiebedingtes Reibungssignal erzeugt. Die unterschiedlichen Steigungen an den einzelnen Goldkörnern führen zu Resonanzverschiebungen, die zu ähnlichen Artefakten im Reibungsbild führen, wie sie im Abschnitt 5.3 auf Seite 58 beschrieben werden. Bei größeren Rasterbereichen der gemessenen Bilder überlagern sich diese und liefern einen mittleren Kontrastwert, der sich von dem des HOPG-Substrats abhebt. Zur Verdeutlichung sind in der Vergrößerung in der Abbil-



**Abbildung 5.15.:** Zum Vergleich: REM-Aufnahme der Goldschicht auf der HOPG-Probe; bei den helleren Bereichen handelt es sich um Gold.



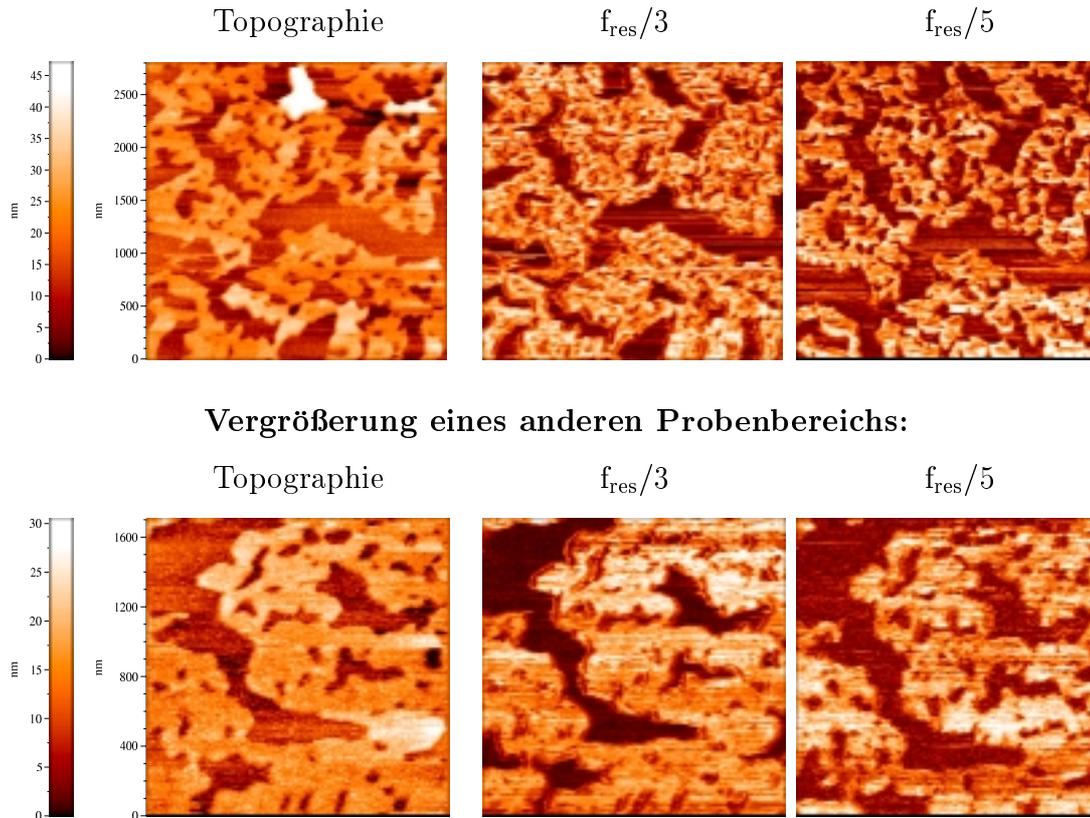
**Abbildung 5.14.:** Scheinbarer Materialkontrast zwischen Gold und HOPG hervorgerufen durch die unterschiedlichen Steigungen in der Topographie: Die flachen dunkleren Graphit-Bereiche liegen im oberen Topographiebild links in den Ecken. Bei der körnigen Fläche handelt es sich um die Goldschicht. In der Ausschnittsvergrößerung (unten) wird deutlich, daß einzelne Erhebungen in der Topographie (einige sind durch schwarze Kreise hervorgehoben) im Reibungsbild ihre Entsprechung in charakteristischen Paarstrukturen finden (siehe Abschnitt 5.1).

Abbildung 5.14 (untere Bildzeile) einige Erhebungen in der Topographie und die korrespondierende Struktur im Reibungsbild schwarz umrandet. Die Bereiche im Reibungsbild zeigen ein typisches Doppelhöckerbild aufgrund der unterschiedlichen Steigungen in Scan-Richtung an den Hügelflanken.

### Materialkontrast zwischen Gold und HOPG

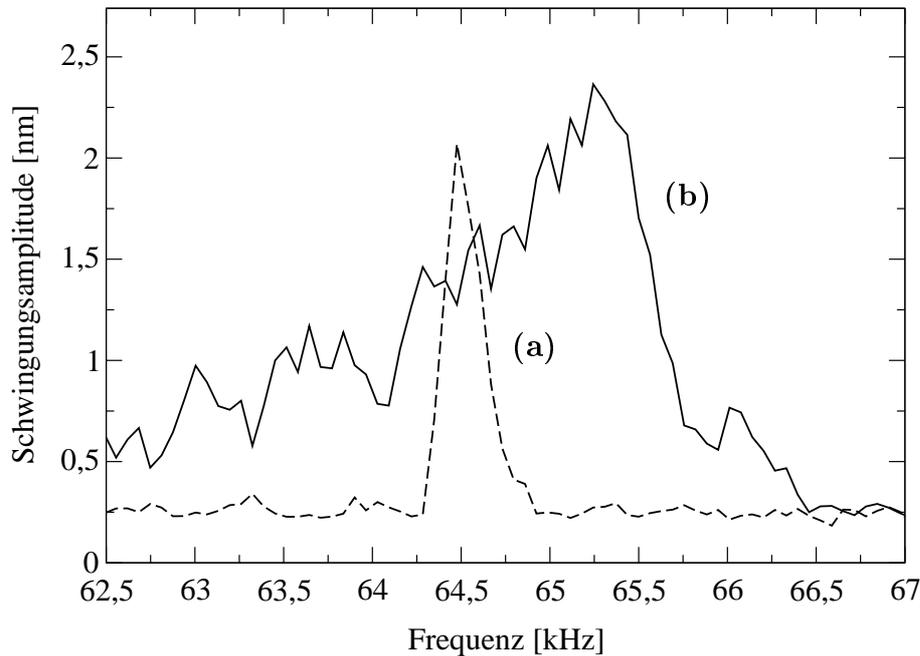
Eine thermische Behandlung (ca. 40 h bei 500°C) der goldbeschichteten HOPG-Probe führt zum *Verschmelzen* der granularen Oberfläche. Es bilden sich flache Bereiche auf der Probe mit geringen Neigungsunterschieden, so daß kaum Topographieeffekte zu erwarten sind. Trotzdem bleibt die Rißstruktur in der Goldschicht erhalten und die Graphitoberfläche steht für vergleichende Untersuchungen zur Verfügung. In der Abbildung 5.16 ist ein getempertes HOPG-Substrat (dunkel) mit Goldbeschichtung (hell) in zwei Vergrößerungen dargestellt. Auf der Topographie in der oberen Zeile tritt eine erhöhte Goldinsel besonders hell hervor. Auf den entsprechenden Reibungsbildern unterscheidet sie sich nicht von den übrigen Goldflächen, da nun die topographiebedingten Effekte nur noch an den Rändern der einzelnen Goldbereiche auftreten. Dort kommt es noch zu großen Steigungsänderungen, die den Reibungskontrast beeinflussen. In der Vergrößerung in der unteren Zeile von der Abbildung 5.16 wird dieser Effekt an den Rändern der Goldinseln in der  $f_{\text{res}}/3$ -Aufnahme deutlich. Die linken Übergänge von HOPG zum Gold zeigen einen charakteristischen Doppelrand, der durch die Steigung an dieser Kanten verursacht wird. Wie schon mehrfach beobachtet, so besitzen die Messungen im  $f_{\text{res}}/5$ -Modus auch hier das schlechtere Signal/Rauschverhältnis. Darüberhinaus werden kleinere Goldpartikel von der Tastspitze während der Messung über die Probe verteilt. Dies führt vorwiegend auf dem HOPG-Untergrund zu Streifen und Kontrastschwankungen. Aber auch auf der Goldschicht ändert sich der Reibungskontrast lokal, so daß einige Bereiche heller erscheinen. Dort koppelt die Hebelarmpitze besonders gut an das Gold an und die Amplitude der Biegeschwingung nimmt zu. Bei nicht so gutem Kontakt zur Oberfläche, meist durch Verunreinigungen bzw. kleine Goldpartikel verursacht, nimmt der Reibungskontakt im Vergleich dazu etwas ab.

In den vorherigen Abschnitten wurde schon darauf hingewiesen, daß die Interpretation von Reibungsbildern bei Proben mit verschiedenen Materialeigenschaften schwierig ist. Auf dem HOPG-Untergrund und den Goldinseln wurden deshalb Resonanzkurven um die Biegeresonanz  $f_{\text{res}}$  gemessen, wobei die Probenmodulation mit  $f_{\text{res}}/5$  erfolgte (Abbildung 5.17). Das Reibungsbild zu diesen Kurven wurde bei einer Modulationsfrequenz von  $f_{\text{res}}/5 = 12.986$  kHz und demnach bei einer Meßfrequenz von  $f_{\text{res}} = 64.93$  kHz aufgezeichnet. Betrachtet man das Diagramm in der Abbildung 5.17, dann wird die Kontrastbildung deutlich: Auf HOPG liegt  $f_{\text{res}}$  hinter der Resonanzkurve und es kommt zu einer geringen Schwingungsamplitude, die zu dunklen Bildbereichen führt. Auf der Goldschicht ist hingegen die Schwingungsamplitude deutlich höher und die Inseln treten im Bild hell hervor. Da es sich bei Gold



**Abbildung 5.16.:** Auf dem HOPG-Substrat (dunkel) sind einzelne Goldinseln (hell) in der Topographie und in den Reibungsbildern bei  $f_{\text{res}}/3$  und  $f_{\text{res}}/5$  zu erkennen. Die Probe wurde getempert (40 h,  $500^\circ\text{C}$ ), damit ein realer Materialkontrast zwischen Gold und HOPG zustande kommt. Durch die thermische Behandlung haben sich in der Goldschicht große flache Bereiche ausgebildet, so daß Topographieeffekte nur noch am Übergang zum darunterliegenden Graphit auftreten. Die Vergrößerung wurde an einer anderen Stelle der Probe vorgenommen, da bei häufigem Messen eines Bereichs die Verschmutzungen dort stark zunehmen (vgl. Abschnitt 6.1 auf Seite 76).

im Verhältnis zu HOPG um ein relativ weiches Material handelt, drückt sich die Spitze tiefer in die Oberfläche ein und die Probenmodulation kann gut in den Hebelarm einkoppeln. Die auf der Goldschicht gemessene Resonanzkurve ist sehr breit und asymmetrisch ( $Q=40$ ); es tritt demnach eine starke Dämpfung durch Einarbeiten der Spitze in die Goldschicht auf. Nach der lokalen Messung von Resonanzkurven wurde mehrfach beobachtet, daß die Tastspitze die weichere Goldschicht an den entsprechenden Stellen komplett durchdrungen hatte. Auf späteren Reibungsbildern zeigte sich dort auf kurzen Streifen mit der Länge der Modulationsamplitude (etwa 15 nm) der selbe Kontrast wie auf dem HOPG-Substrat. Man muß deshalb die Resonanzkurvenmessungen auf Gold rasch durchführen, um Verfälschungen der Ergebnisse durch



**Abbildung 5.17.:** Resonanzkurven gemessen auf HOPG und Gold in der Biegeresonanz  $f_{\text{res}}$  bei einer Probenmodulationsfrequenz von  $f_{\text{res}}/5$  und Amplitude von 15 nm. Die Güten auf den verschiedenen Materialien unterscheiden sich stark: (a) HOPG:  $Q=306$  (b) Gold:  $Q=40$ .

Überlagerungen mit der Kurve des Untergrunds zu vermeiden. Die ungewöhnliche Resonanzverschiebung auf Gold zu höheren Frequenzen, trotz der stärkeren Dämpfung, muß noch näher untersucht werden. Das HOPG-Substrat führt hingegen zu einer ziemlich scharfen symmetrischen Resonanz ( $Q=306$ ). Trotz der großen Modulationsamplitude der Probe von 15 nm reicht diese nicht aus, um auf dem Graphit Haft-Gleitbewegungen auszulösen, da nicht direkt in der Biegeresonanz  $f_{\text{res}}$  sondern nur bei einer Frequenz von  $f_{\text{res}}/5$  angeregt wurde. Regt man direkt in der Biegeresonanzfrequenz des Hebelarms an, so wird dessen Schwingungsamplitude extrem groß und sowohl die Tastspitze als auch die Probe können irreversibel beschädigt werden.

## 6. Einfluß von Oberflächenverunreinigungen und Abnutzungserscheinungen

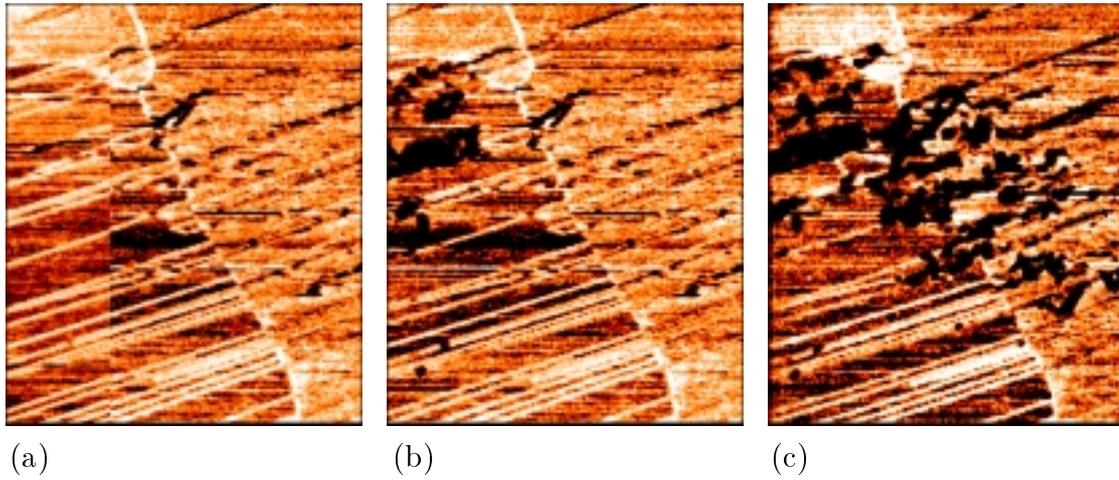
### 6.1. Verunreinigungen der Probe

Bei den Untersuchungen zum Einfluß des Kristallgitters (vgl. Abschnitt 5.4 auf Seite 62) wurde beobachtet, daß bei wiederholter Messung der Probe im Verlauf sich im Rasterbereich verstärkt Verunreinigungen ansammeln. Besonders gut zeigt dies die Abbildung 6.1: Hier wurde die Oberfläche einer HOPG–Probe mehrfach hintereinander abgerastert, wobei der zeitliche Abstand pro Bild etwa 40 Minuten betrug. In den Reibungsbildern ist deutlich zu sehen, wie sich die Verunreinigungen von Bild zu Bild anreichern. Die Verunreinigungen treten dunkel hervor, da sie die periodische Struktur der Oberfläche verdecken und so der Reibungscontrast an diesen Stellen zusammen bricht. Die Schwingungsamplitude des Hebelarms wurde in dieser Meßreihe in ihrer Resonanzfrequenz  $f_{\text{res}}$  gemessen und die Probenmodulation erfolgte bei einer Frequenz von  $f_{\text{res}}/3$ . Im Bild 6.1a, welches aus den Bildteilen zweier verschiedener Messungen besteht (siehe senkrechte Montagekante im linken Bildbereich), wird die nahezu saubere Oberfläche zum ersten Mal von der Hebelarmspitze abgetastet. In der zweiten Aufnahme 6.1b erkennt man schon, wie sich links oben an den diagonal durch das Bild laufenden Kanten des Graphitkristalls zusätzliche Adsorbate anlagern, die genau bis zur Montagekante der ersten Aufnahme reichen. Beim dritten Meßdurchgang 6.1c sind auch Verunreinigungen im rechten Teil des Bildes aufgetaucht und haben sich dort vorwiegend an den Kanten festgesetzt. Während der Messungen entstehen weitere *Keime* für Abscheidungen aus dem Restgas<sup>1</sup> der UHV–Kammer, welche verantwortlich für die massive Kontamination der Oberfläche sind. In der Topographie zur Abbildung 6.1c sind die Adsorbatanlagerungen deutlich als helle Erhebungen gegenüber der HOPG–Oberfläche (dunkel) zu erkennen. An mehreren Stellen, besonders in der Bildmitte, werden auch Partikel über die Probe geschoben (an den weißen Streifen zu erkennen). Es kommt also sowohl zu einem Transport der Adsorbate durch die Hebelarmspitze über die Oberfläche als auch zu einem Transfer der Verunreinigungen von der Tastspitze zur Probe und umgekehrt.

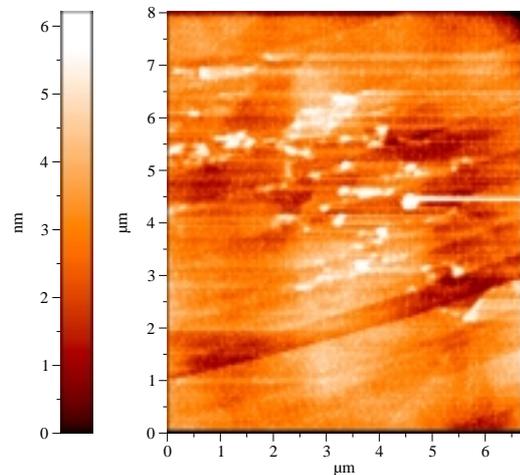
Insgesamt läßt sich feststellen, daß eine ursprünglich saubere Probe durch wiederholte Messungen eine Veränderung der Oberfläche erfährt, bei der sich durch den

---

<sup>1</sup>Restgase im Vakuum bestehen in der Regel aus Wasserdampf und Kohlenwasserstoffverbindungen, die durch die verwendeten Pumpeinrichtungen unvermeidbar sind.

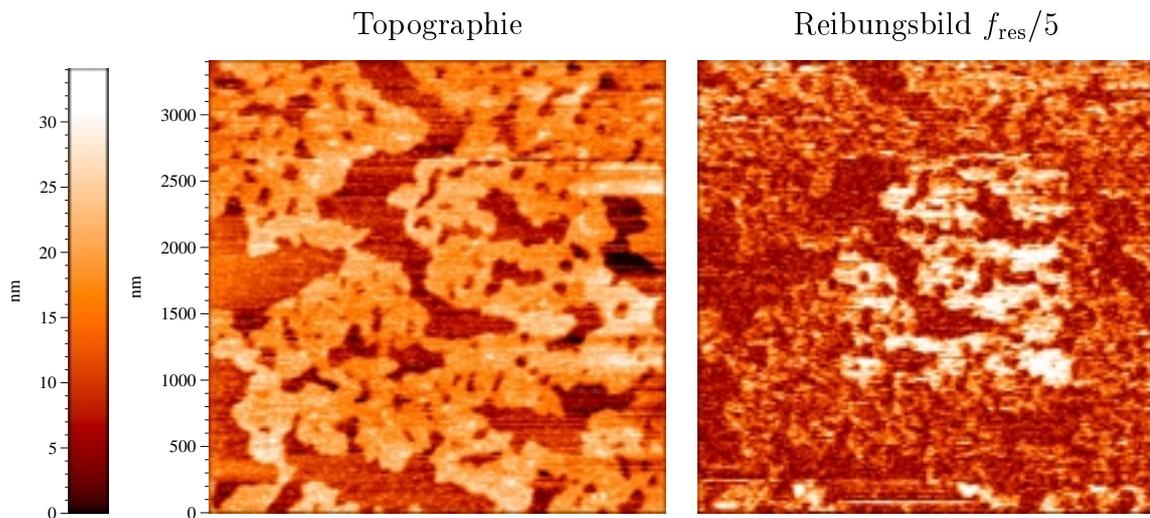


**Abbildung 6.1.:** Verstärkte Anlagerung von Verunreinigungen auf der Probenoberfläche (HOPG–Probe) beim wiederholten Abrastern eines Bereiches: (a) erstes Reibungsbild (Ausschnitt aus Abbildung 5.8 auf Seite 63), (b) zweite Aufnahme, (c) dritte Aufnahme. Auf der Topographie zu Bild (c) sind die Adsorbatansammlungen ebenfalls deutlich als helle Erhebungen zu erkennen.



Topographie zu (c)

Rastervorgang und dem Kontakt der Tastspitze fortwährend neue Verunreinigungen abgelagern. Die Adsorbate vergrößern an den kontaminierten Bereichen die Kontaktfläche zwischen Tastspitze und Probe und führen ferner zu einer viskosen Dämpfung der Hebelarmschwingung. Dadurch maskieren sie die Lateralkräfte und somit die Reibungseigenschaften der sauberen Oberfläche. In der Bilderserie 6.1 führt dies z. B. zum Zusammenbrechen des Kristallorientierungskontrasts und die fraglichen Regionen erscheinen schwarz. Nach mehreren Messungen an der gleichen Stelle der Probe lassen sich dann kaum noch sinnvolle Bilder erzielen, da die kumulierten Verunreinigungen das Material vollständig bedecken. Andererseits kann eine leicht verunreinigte Probe durch das Abrastern in gewisser Weise gesäubert werden, in dem die Hebelarmspitze die Adsorbatpartikel vor sich her schiebt und diese bei den Umkehrpunkten der Scan–Bewegung zurückbleiben (siehe Abbildung 6.2).

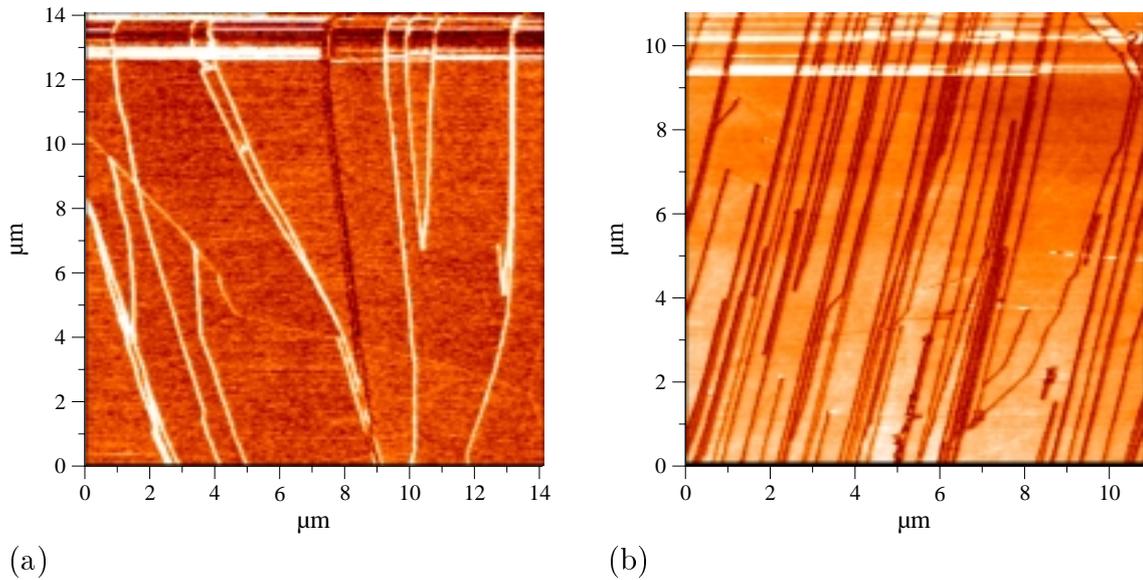


**Abbildung 6.2.:** Auf einer goldbeschichteten HOPG–Probe wurde ein rechteckiger Bereich zunächst abgerastern, um die Oberfläche zu säubern. Direkt im Anschluß erfolgte die Bildaufnahme. In der Topographie ist der gereinigte Bereich kaum zu erkennen, jedoch zeigt das Reibungsbild ( $f_{\text{res}}/5$ –Messung bei  $f_{\text{res}} = 64.69$  kHz) dort einen wesentlich besseren Kontrast, den die geringfügigen Verunreinigungen der Oberfläche vorher maskiert haben.

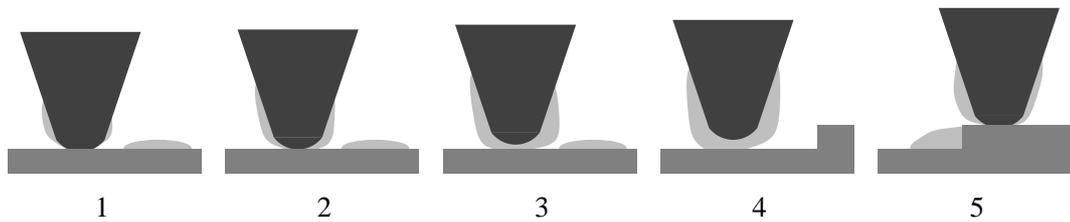
## 6.2. Verunreinigungen der Tastspitze

Bei neuen Spitzen kann man beobachten, daß auf sauberen Proben bei der ersten Bildaufnahme der Reibungskontrast zunächst stark schwankt und plötzlich die restlichen Rasterzeilen störungsfrei dargestellt werden. Man geht deshalb davon aus, daß die an einer neuen Hebelarmspitze angelagerten Adsorbate sich bei den ersten Zeilen einer Messung an Stufen und Kanten der Probe abstreifen und danach das Reibungsbild stabil aufgenommen werden kann (Abbildung 6.3).

Bei Spitzen die längere Zeit im Einsatz waren (mehr als 20 Bildaufnahmen) wurde beobachtet, daß im Laufe weiterer Messungen sich wieder Adsorbate von der Oberfläche an der Spitze ansammeln, bis einzelne Partikel zwischen Spitze und Probe gleiten und der Kontakt zwischen den beiden abreißt (siehe Abbildung 6.4). Man kann erkennen, wie die Spitze sich langsam von der Oberfläche entfernt, aber immer noch ein Reibungssignal meßbar ist (vgl. Abbildungen 6.5 und 6.6). Ab einer bestimmten Schwelle bricht das Reibungssignal zusammen, weil kein direkter Kontakt mehr zwischen dem Spitzenmaterial und der Oberfläche besteht. Es können kaum noch Hebelarmschwingungen über die Probenmodulation angeregt werden, da der relativ elastische Adsorbatfilm zwischen Sensor und Probe dämpfend wirkt. Die Größe des Abstandes Spitze/Probe ab dem dies geschieht liegt in der Größenordnung der Eindringtiefe  $\varrho$  der Spitze, die man bei den verwendeten Andruckkräften erwarten



**Abbildung 6.3.:** Zwei Messungen auf HOPG in der Biegeresonanz  $f_{\text{res}}$ . Die Reibungsbilder verdeutlichen das Abstreifen von Adsorbatpartikeln in den ersten Scan-Zeilen während der von oben nach unten verlaufenden Aufnahme.

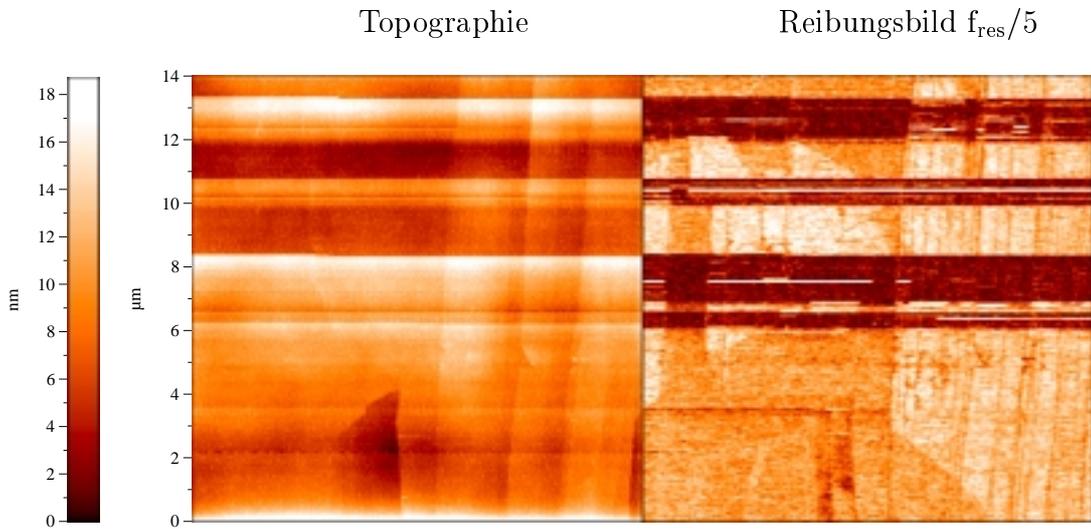


**Abbildung 6.4.:** Anlagerung von Adsorbat an die Hebelarmspitze beim Scannen: 1. bis 4. Adsorbate sammeln sich an der Spitze, 3. direkter Kontakt zwischen Probe und Hebelarm reißt ab, 5. Reinigung der Spitze an einer Kante der Probe.

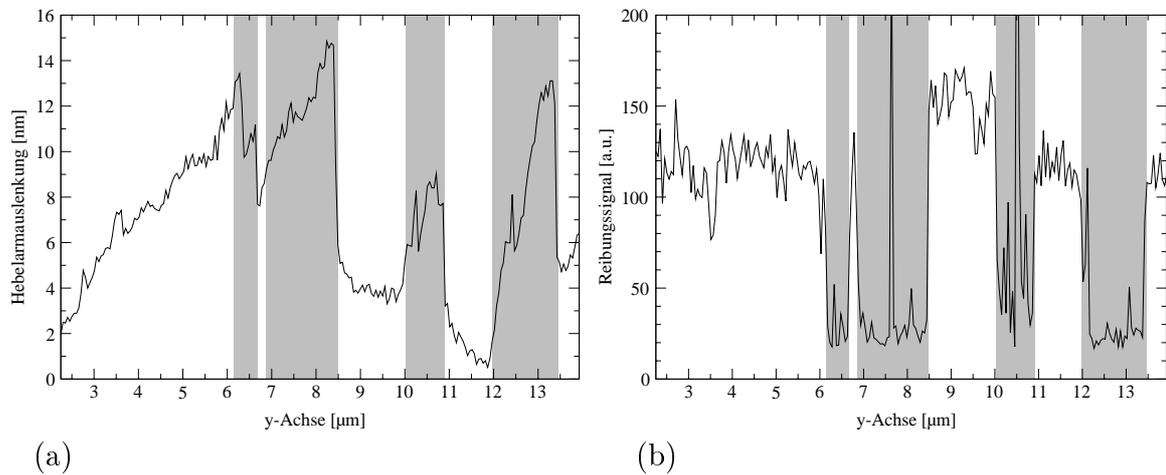
sollte. Im Hertzschen Modell einer harten Kugel auf einer Ebene [8, 82, 83] mit dem Elastizitätsmodul  $E$  erhält man für die repulsive Kraft  $F_{\text{rep}}$  auf die Kugel die Beziehung:

$$F_{\text{rep}} = K \cdot \sqrt{\varrho^3} \quad \text{mit} \quad K = \frac{4 \cdot E \sqrt{R}}{3(1 - \sigma^2)}. \quad (6.1)$$

Die Kugel mit dem Radius  $R$  entspricht hier der Hebelarmspitze und die Ebene der Probenoberfläche. Nimmt man HOPG als Unterlage an, dann gelten aus der Literatur für die Poissonzahl  $\sigma = 0.3$  und für das Elastizitätsmodul  $E=225 \text{ MPa}$  [84]. Die Kraft  $F_{\text{rep}}$  ist vom Betrag her gleich der Andruckkraft der Hebelarmspitze auf die Probe, die bei diesen beispielhaften Betrachtungen den typischen Wert  $F_{\text{rep}}=100 \text{ nN}$  haben soll. Ferner geht man von einem Kugelradius  $R=15 \text{ nm}$  aus, der dem von der



**Abbildung 6.5.:** Anlagerung von Adsorbaten an die Hebelarmspitze während einer Messung auf HOPG bei einer Modulationsfrequenz von  $f_{res}/5$ . Die Bildaufnahme erfolgte von unten nach oben und man kann in der Topographie erkennen, wie sich die Spitze langsam von der Oberfläche entfernt, während immer noch ein Reibungssignal erkennbar ist (näheres siehe Text).



**Abbildung 6.6.:** Senkrechter Schnitt durch die Topographie (a) und das Reibungsbild (b) aus der Abbildung 6.5 (der Schnitt verläuft dort von unten nach oben). In den grau unterlegten Bereichen ist das Reibungssignal zusammengebrochen.

Herstellerfirma vorgegebene Apexradius der Meßspitze entspricht. Durch Einsetzen der Zahlenwerte und Umstellen der Gleichung (6.1) erhält man für die Eindringtiefe

$$\varrho = \sqrt[3]{\left(\frac{F_{\text{rep}}}{K}\right)^2} \approx 18.3 \text{ nm}. \quad (6.2)$$

Noch realistischere Werte für die Eindringtiefe bekommt man, wenn die Hebelarmspitze durch einen harten Zylinder mit dem Radius  $\eta$  ersetzt wird [84, 85]. Dies liegt vermutlich daran, daß der Spitzenapex nicht perfekt kugelförmig, sondern durch Abnutzung leicht abgeflacht ist (vgl. Abschnitt 6.4). Man erhält für die Kraft

$$F_{\text{rep}} = \frac{2 \cdot E \cdot \eta \cdot \varrho}{(1 - \sigma^2)} \quad (6.3)$$

und schließlich durch Auflösen nach der Eindringtiefe  $\varrho$  mit den oben diskutierten Zahlenwerten und dem Zylinderradius  $\eta = 15 \text{ nm}$

$$\varrho = \frac{F_{\text{rep}} (1 - \sigma^2)}{2 \cdot E \cdot \eta} \approx 13.5 \text{ nm}. \quad (6.4)$$

Wie die Abbildung 6.6 zeigt, sind die Ergebnisse aus den Gleichungen (6.1) und (6.4) in relativ guter Übereinstimmung mit den Messungen. Man kann dies erkennen, wenn man beispielsweise in der Abbildung 6.6a den Bereich zwischen  $0 \mu\text{m}$  bis etwa  $6 \mu\text{m}$  betrachtet. Hier steigt die Spitze um  $10 \text{ nm}$  an, während der Hebelarm die Probe abtastet. In den darauffolgenden Zeilen bricht der Reibungskontrast zusammen und die Entfernung der Spitze zur Oberfläche nimmt sogar noch zu, da noch mehr Verunreinigungen aufgesammelt werden.

Das läßt also vermuten, daß je stärker die Spitze durch häufige Bildaufnahmen verschlissen wird (siehe nächsten Abschnitt) und damit verbunden die Kontaktfläche zwischen Probe und Spitzenapex zunimmt, desto wahrscheinlicher sind die Adsorbatanlagerungen. Diese Partikel können dann natürlich durch den wesentlich vergrößerten Spitzenapex auch leichter zwischen Meßspitze und Probe geraten und damit den Reibungskontrast wesentlich früher zusammenbrechen lassen. Verlaufen senkrecht zur Scan-Richtung Kanten oder Stufen über der Probenoberfläche, so wird die Spitze fortwährend gereinigt und die Aufnahmen gelingen in einer besseren Qualität. Ist die Oberfläche sehr glatt, dann tritt der auch in [3] beobachtete Effekt auf, daß sich große Mengen von Adsorbaten an der Tastspitze ansammeln, die sich im weiteren Verlauf der Messung plötzlich von der Spitze lösen und auf der Probenoberfläche haften bleiben. Kurze Zeit später stören diese Cluster die Messung empfindlich, da die Hebelarmspitze beim Abrastern der Proben wieder mit ihnen in Kontakt kommt.

Um Verunreinigungen aus dem Zwischenraum am Kontaktpunkt Probe/Spitze zu pressen, liegt es nahe, den Kontrast durch eine stärkere Andruckkraft der Hebelarmspitze zu verbessern oder zumindest das Abreißen des Reibungskontakts zu verzögern. Es muß jedoch bedacht werden, daß eine höhere Auflagekraft dazu führen

kann, daß Material von der Probe abgetragen wird, welches sich dann ebenfalls zwischen die Probenoberfläche und die Meßsonde setzen kann. In der Regel wird aus diesem Grund bei Messungen mit höherer Normalkraft keine Kontrastverbesserung bei der Modulations-Reibungsmikroskopie erzielt. Andere Arbeitsgruppen machen sich diese Überlegungen bei ihren Untersuchungen mit verschiedenen Kraftmikroskopen zunutze. Mit Hilfe sehr hoher Normalkräfte von  $24\ \mu\text{N}$  konnten Mate et. al. [23] atomare *stick-slip*-Bewegungen auf HOPG nachweisen, obwohl sie unter Umgebungsbedingungen arbeiteten. Sie verwendeten einen Hebelarm aus Wolframdraht dessen Federkonstante  $2500\ \text{N/m}$  betrug<sup>2</sup>. Ähnliche Resultate erzielten Morita et. al. [59] auf Molybdändisulfid unter Umgebungsbedingungen. Sie benutzten  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Hebelarme mit einer Federkonstante von  $0.75\ \text{N/m}$  und einer Andruckkraft von  $180\ \text{nN}$ . Hier sind womöglich die geringen Geschwindigkeiten der Hebelarmspitze bei der Scan-Bewegung (einige Ångström pro Sekunde) ausschlaggebend zur Verringerung der Wahrscheinlichkeit, daß sich ein Adsorbatübergang zwischen Probe und Spitze etabliert. Ferner lagen die Abmessungen des Rasterbereich bei Mate et. al. und Morita et. al. nur bei wenigen Nanometern, wodurch die Wahrscheinlichkeit verunreinigte Regionen zu messen ebenfalls stark abnimmt.

Bei sehr weichen Proben bewirken hohe Andruckkräfte des Hebelarms eine Modifikation der Oberfläche. Bei den hier verwendeten Goldschichten konnte deshalb beobachtet werden, daß durch eine Bildaufnahme ein rechteckiger, leicht eingedrückter Bereich auf der Probe entsteht. Natürlich beansprucht man mit hohen Normalkräften auch die Spitze des Hebelarms stärker und gerade bei der Modulations-Reibungsmikroskopie (siehe Abschnitt 6.4) treten dann Degenerationserscheinungen am Spitzenapex auf.

Sehr weiche Hebelarme mit geringen Federkonstanten können eingesetzt werden, um weiche Oberflächen zu untersuchen. Die Proben müssen hierzu extrem sauber sein und das umgebende Vakuum sollte auch bei mindestens  $10^{-10}$  mbar liegen, damit die Wiederbedeckungszeiten groß genug für die Messungen sind. Verunreinigungen zwischen der Probe und einem weichen Hebelarm lassen sich jedoch durch Abstreifen nur schwer entfernen, da womöglich der Hebelarm an Kanten sofort nachgibt bzw. nicht ausreichend große Andruckkräfte ausgeübt werden können. Hier sollte die im Abschnitt 3.4.6 auf Seite 26 beschriebene Hebelarmheizung eingesetzt werden.

Es stellt sich heraus, daß für die Anwendung der Modulations-Reibungsmikroskopie immer ein Kompromiss zwischen der Federkonstante des Hebelarms, der Normalkraft und der Härte des zu untersuchenden Materials gefunden werden muß, um optimale Kontraste in den Reibungsbildern bis hin zu Kristallorientierungsunterschiede der Probe untersuchen zu können.

---

<sup>2</sup>Zum Vergleich: In dieser Arbeit werden Si-Hebelarme mit einer Federkonstante von  $0.2\ \text{N/m}$  bei Andruckkräften um die  $100\ \text{nN}$  verwendet.

### 6.3. Reinigung von Probe und Tastspitze

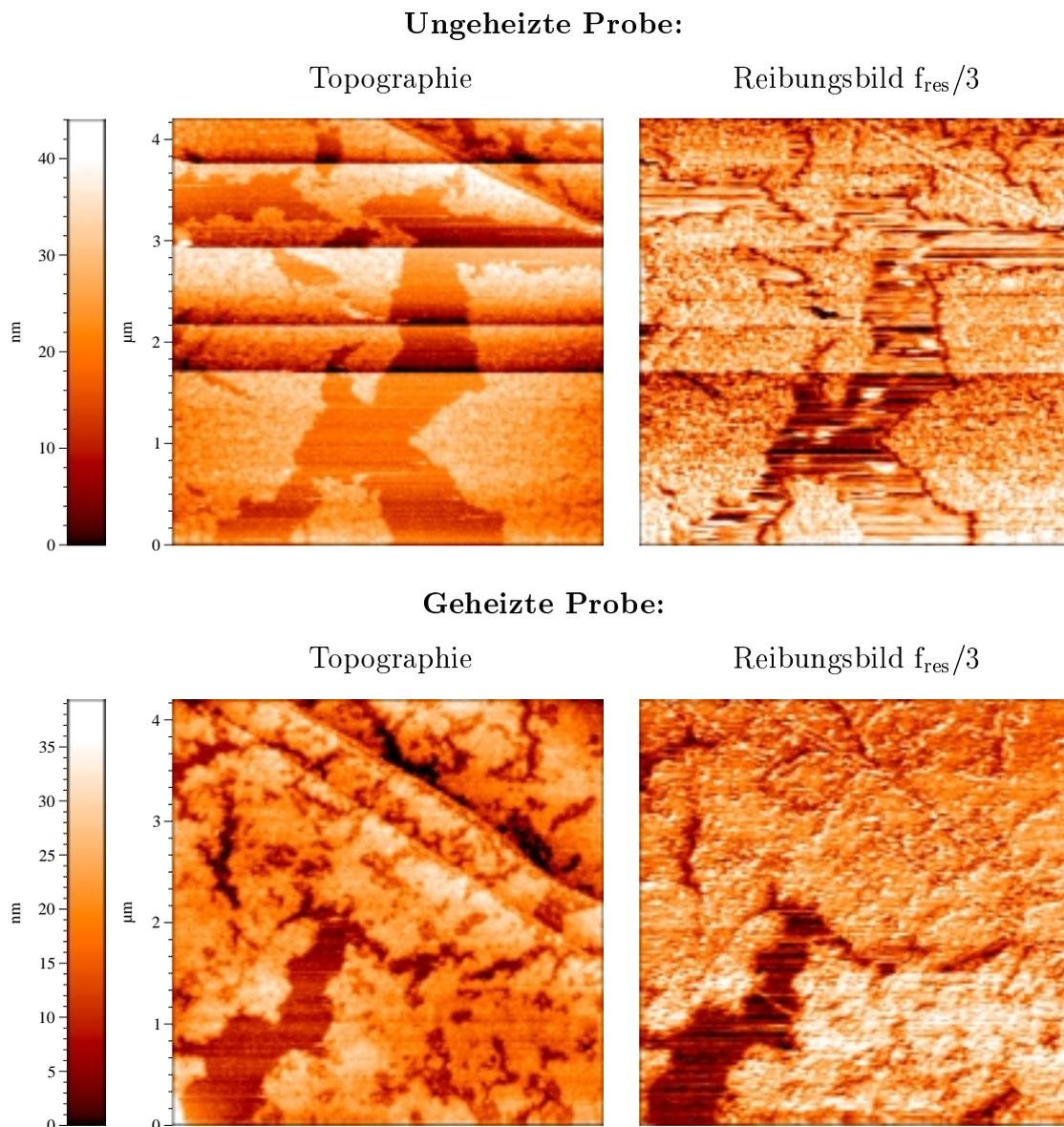
Zunächst versucht man den Reinigungsaufwand zu vermeiden, indem man die Probe im Vakuum präpariert und so von vornherein Verunreinigungen bzw. Adsorbatablagerungen auf der Oberfläche weitgehend unterdrückt oder verzögert. HOPG und MoS<sub>2</sub> eignen sich hierzu sehr gut, da sie sich leicht spalten lassen und man so eine saubere Oberfläche freilegen kann. In der Praxis entfernt man die obersten Schichten einer solchen Probe durch *Abziehen* (vgl. Abschnitt 3.5.4 auf Seite 32). Bei beschichteten Proben ist dies nicht möglich, da durch das Abziehen der obersten Materiallagen des Substrats ebenfalls die Beschichtung entfernt würde.

Neben dem schon erwähnten Abrastern der Oberfläche, lassen sich Proben im Vakuum auch effektiv durch Heizen reinigen, wenn die Oberfläche möglichst wenig modifiziert werden soll (Ätzverfahren könnten die Probenoberfläche aufrauen). Jedoch muß bei dem hier verwendeten Aufbau bedacht werden, daß der unter der Probe liegende Modulationspiezo eine relativ geringe Curie-Temperatur (350°C) aufweist und ferner die Klebe- und Lötverbindungen nur begrenzt thermisch belastbar sind (bis etwa 200°C). Man verstärkt deshalb den Heizeffekt durch Begasung mit Sauerstoff, so daß Verunreinigungen oxidieren, im gasförmigen Zustand in die Vakuumkammer gelangen und abgepumpt werden (vgl. Abschnitt 3.4.1 auf Seite 20). Die Auswirkungen des beschriebenen Heizverfahrens werden in der Abbildung 6.7 ersichtlich. Hier handelt es sich um eine goldbeschichtete HOPG-Probe bei der zunächst die Oberfläche deutlich durch Verunreinigungen belegt ist, so daß Topographiesprünge und Streifen zu erkennen sind (Abbildung 6.7 oben). Nach dem Heizen hat sich das Signal/Rauschverhältnis in der Topographie und besonders im Reibungsbild deutlich verbessert (Abbildung 6.7 unten). Streifige Strukturen sind ebenfalls kaum noch sichtbar.

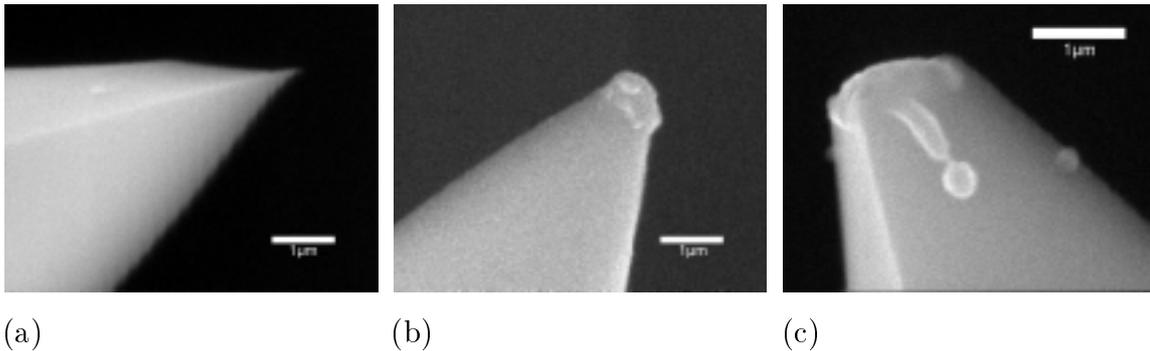
Die Spitze kann durch die im Abschnitt 3.4.6 auf Seite 26 vorgestellte Spitzenheizung gereinigt werden, jedoch ist die Reinigung an Unebenheiten der Probenoberfläche durch den Scan-Vorgang wesentlich effektiver, da dies *in situ* passiert.

### 6.4. Abnutzung der Rasterspitze

Die Spitze nutzt sich im Laufe des Meßbetriebs kontinuierlich ab (Abbildung 6.8). Besonders die hohe Relativgeschwindigkeit zwischen Probe und Spitze, wie sie durch die Probenmodulation hervorgerufen wird, ist hierfür verantwortlich (vgl. auch Anhang B.1 auf Seite 97). Bei herkömmlichen reibungsmikroskopischen Verfahren liegt diese Relativgeschwindigkeit bis zu drei Größenordnungen niedriger [23, 59, 74], da lediglich die wesentlich langsamere Rasterbewegung beiträgt. Kleine Partikel des Spitzenmaterials lösen sich während den Messungen genauso wie Teile der Verunreinigungen, die sich an der Spitze angelagert haben. Damit verbunden ist eine ständige Umkonfiguration der Spitze, durch die sich das Rauschen im Reibungsbild in Scan-



**Abbildung 6.7.:** Effekt der Probenheizung bei Messungen auf einer goldbeschichteten HOPG–Probe. Bei den dunkleren flachen Bereichen handelt es sich um HOPG. Auf der ungeheizten Probe (oben) sind deutlich Topographiesprünge und Streifen im Reibungsbild zu erkennen. Auf der durch das Heizen gereinigten Probe (unten) sind solche Artefakte nicht zu beobachten. Die Orte an denen die Messungen vor und nach dem Heizen durchgeführt wurden unterscheiden sich leicht.



**Abbildung 6.8.:** REM-Aufnahmen von Hebelarmspitzen: eine neue Spitze (a) und durch viele Messungen abgenutzte Spitzen (b) und (c).

Richtung erklären läßt (z. B. in Abbildung 6.1 erkennbar). Nach etwa 50 bis 100 Aufnahmen nehmen dadurch die oben erwähnten Adsorbatablagerungen an der Spitze so stark zu, daß keine brauchbaren Bildaufnahmen mehr möglich sind. Der Hebelarm bewegt die Adsorbate auf der Probenoberfläche fortwährend hin und her. Die mit einem Raster-Elektronen-Mikroskop (REM) untersuchten abgenutzten Meßspitzen der Hebelarme sind immer am Ende deutlich verrundet. Sie weisen Apexradien zwischen 200 nm und 500 nm auf, im Gegensatz zu neuen Spitzen, deren Verrundungsradius deutlich besser als 15 nm sein sollte. Die REM-Aufnahmen erwecken den Eindruck, daß durch die Probenmodulation und die großen Andruckkräfte Temperaturen entstehen, die ausreichen, um Schmelzvorgänge an der Spitze hervorzurufen. Es kann sich jedoch ebenfalls um ein Gemisch aus Adsorbaten und Abriebprodukten handeln, die beim Abrastern der Oberflächen erzeugt werden und dann an der Spitze hinaufkriechen. In seltenen Fällen können auch größere Stücke der Spitze abbrechen, wodurch nicht immer die Bildqualität bei Messungen beeinträchtigt werden muß. Nach einem solchen Ereignis erhebt sich häufig wieder eine Bruchkante am Spitzenapex, die ebenfalls das Untersuchungsobjekt gut abbildet.

Bei den in diesem Projekt untersuchten Proben mit sehr glatten und ebenen Oberflächen, die kaum topographische Artefakte aufweisen, können die Spitzen relativ lange eingesetzt werden.

## 6.5. Diskussion der Ergebnisse

**Makroskopische Einflüsse:** Bei der makroskopischen Reibung beeinflussen Flüssigkeitsfilme auf Oberflächen die Reibungseigenschaften zweier Körper entscheidend. In der Regel führen sie zu einer Verminderung des Reibungskoeffizienten. Jedoch können Verschleißerscheinungen nie ganz ausgeschlossen werden, da durch die Oberflächenunebenheiten der Körper der Gleitfilm immer wieder, selbst bei noch so geringen Anpreßkräften, durchbrochen wird [17]. Darüber-

hinaus werden die Reibungseigenschaften in komplizierter Art und Weise durch die intermolekularen Kräfte und die chemischen Eigenschaften der Materialien und den Substanzen, aus denen der Gleitfilm besteht, beeinflusst [10]. Daneben hängen die Reibungseigenschaften einiger Materialien von den Umgebungsbedingungen ab (beispielsweise vom Luftdruck oder der Luftfeuchte). Bei Graphit beobachtet man unter Vakuum einen deutlich höheren Reibungskoeffizienten als bei Normaldruck, was mit Hilfe eines adsorbierten Feuchtigkeitsfilm erklärt wird [86]. Bei Molybdändisulfid ist dies umgekehrt; dort führt ein verstärkter Abrieb im Vakuum zu verbesserten Gleiteigenschaften [87]. Man setzt deshalb MoS<sub>2</sub> häufig als Trockenschmiermittel unter Vakuumbedingungen ein.

**Randbedingungen der Modulations–Reibungsmikroskopie:** Da der direkte Kontakt eine Grundvoraussetzung für das Meßverfahren ist, müssen gewisse Einschränkungen bezüglich der Eigenschaften der Probe und der Meßbedingungen gemacht werden. Zunächst muß eine saubere Probenoberfläche präpariert werden und über den Meßzeitraum dieser Zustand möglichst aufrecht erhalten werden, um lokale Reibungsmessungen durchführen zu können. Ferner sollte die Probe entsprechend widerstandsfähig sein, damit der verwendete Kontaktmodus nicht zu Modifikationen der Oberfläche führt.

**Saubere Probe und Tastspitze:** Messungen in der Biegeresonanz haben gezeigt (Kapitel 4), daß eine Verschiebung der Resonanzfrequenz durch Oberflächengradienten (Topographie) verursacht werden. Die Güte des Hebelarm–Probe–Systems ist im Haft–Gleitbereich ein Maß für die Reibungsverluste die am Wechselwirkungskontakt auftreten. Sie könnten deshalb ein Kriterium für die Auswahl von Trockenschmiermitteln darstellen, bei denen der Schmiermechanismus über das Gleiten einzelner Partikel übereinander funktioniert (z. B. MoS<sub>2</sub>). Ferner wird klar, daß der Einfluß des Kristallgitters nur ein untergeordneter Effekt ist, der bei sauberen Bedingungen und geeigneter Wahl der Parameter (Auflagekraft, Modulationsfrequenz und –amplitude) mit Hilfe von  $f_{\text{res}}/n$ -Messungen (Kapitel 5) untersucht werden kann. Probenverunreinigungen maskieren den Orientierungskontrast vollständig und führen selbst bei geringem Auftreten zu einem relativ großen Rauschanteil. Das geringe Rauschen, welches bei diesen Bildaufnahmen (vgl. Abbildung 5.8 auf Seite 63 und auch Abbildung 6.1) immer zu beobachten ist, wird wahrscheinlich durch unvermeidbare Umkonfigurationen und Abrieb an der Tastspitze verursacht (vgl. vorherigen Abschnitt).

Unter UHV–Bedingungen lagern sich ständig Adsorbate aus dem Restgas an den Kanten und Störstellen der Probenoberfläche an. Diese Verunreinigungen werden bei Bildmessungen durch den Rastervorgang über der Oberfläche verteilt und es entstehen zusätzliche Keime für weitere Abscheidungen. Nach nur wenigen Messungen ( $< 5$ ) an einer sauberen Stelle der Probe ist diese vollständig mit Adsorbaten belegt und untergeordnete Effekte wie der Gittereinfluß sind

nicht mehr detektiertbar.

Unter sauberen Bedingung hat sich gezeigt, daß die Verluste wesentlich geringer sind als mit Adsorbatkontaminationen an der Spitze bzw. der Probe. Es stellt sich nun die Frage, ob sich dies auf mehrere oder sogar viele Mikrokontakte verallgemeinern läßt. Prinzipiell müßte dies möglich sein, obwohl die idealisierte Annahme eines einatomigen Kontakts der z. B. zu *stick-slip*-Bewegungen führt (Abschnitt 2.3.3 auf Seite 8) bei kraftmikroskopischen Messungen in der Regel nicht erfüllt ist. Die Tastspitze bildet eine mehrere Quadratnanometer große Kontaktfläche mit der Probenoberfläche, an der eine Vielzahl von Atomen beteiligt sind. Trotzdem kann die Periodizität des Untergrunds über den *stick-slip*-Effekt nachgewiesen werden. Man sollte deshalb nicht von einer atomaren Auflösungen sprechen, sondern eher von einem atomaren Kontrast [10]. Durch eine Summation über viele Mikrokontakte könnten so auch Reibungseinflüsse bei mikromechanischen Maschinen bestimmt und Vergleiche mit Experimenten durchgeführt werden, um letztendlich die Verluste zu verringern, immer unter der Voraussetzung, daß die wechselwirkenden Oberflächen sauber bleiben.

**Leichte Verunreinigungen:** Neue Spitzen sind mit Adsorbaten belegt, nachdem sie an Luft präpariert und dann in die Vakuumanlage eingeschleußt wurden. Diese Verunreinigungen werden in den ersten Zeilen einer anfänglichen Messung an Unebenheiten (besonders Kanten) der Probenoberfläche abgestreift. Dieser Selbstreinigungseffekt funktioniert solange die Adsorbatanlagerungen an der Tastspitze nur gering sind. Ist die Probe selbst leicht verunreinigt, so kann sie durch Abrastern eines Bereichs gereinigt werden. Hierbei werden die Adsorbate von der Tastspitze zusammengeschoben und an den Umkehrpunkten der Scan-Bewegung abgelagert. Es besteht jedoch die Gefahr, daß dadurch Adsorbatpartikel zwischen Spitze und Oberfläche gleiten und so die im Abschnitt 6.2 beschriebenen Effekte zu beobachten sind – der Reibungscontrast bricht dann zusammen.

**Adsorbatbeladene Oberflächen:** Auf einer gereinigten Probe, die der Atmosphäre ausgesetzt wird, bildet sich innerhalb weniger Mikrosekunden eine geschlossene Adsorbatschicht, deren Dicke in der Regel zwischen 1 nm und 4 nm liegt. Aus diesem Grund sind unter solchen Bedingungen lokale Messungen nicht sinnvoll, da die Tastspitze lediglich in Wechselwirkung mit den Adsorbaten tritt und jegliche lokale Probeneigenschaft vollständig maskiert wird.

Die Resultate, die an einem Punktkontakt erzielt wurden, lassen sich nicht auf makroskopische Oberflächen unter Umgebungsbedingungen übertragen. Zwar berühren sich zwei Körper an vielen Mikrokontakten, jedoch sollten die Schmierungseigenschaften eines dazwischen befindlichen Flüssigkeits- bzw. Adsorbatfilms diese Kontakteinflüsse bei weitem überdecken. Betrachtet man einen Tastspitze, die in einen Adsorbatfilm eintaucht, so bildet sich ein Flüssigkeitsmenis-

kus am Spitzenende aus. Burnham et. al. [26] legen dar, daß dessen Wechselwirkungskräfte mit der Tastspitze von vergleichbarer Größe (oder sogar größer) sind wie die Van der Waals-Kräfte des Kontakts (einige 10 nN), wenn man einen 9 nm dicken Wasserfilm auf einer Probenoberfläche voraussetzt. Der Radius eines solchen Meniskus liegt nach der Kelvin-Formel [7] bei einigen Nanometern unter typischen Umgebungsbedingungen (relative Luftfeuchte 30%–50%) und hat atomare Dimensionen<sup>3</sup> bei einer Luftfeuchte von 1%. Bushan et. al. [79, 88] haben den Einfluß der Luftfeuchte auf den Reibungskoeffizient untersucht. Hierbei wurden Experimente mit Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Mikrospitzen (Apexradien bis zu 15 µm) auf (100)-Silizium durchgeführt. Es zeigte sich, daß der Reibungskoeffizient sich mit zunehmender Feuchte erhöht, da es vermehrt zur Entstehung von Nano/Mikrokontakten kommt, an denen sich Flüssigkeitsmeniskusbrücken ausbilden. Bei der Bewegung der Tastspitze müssen dadurch größere Scherkräfte überwunden werden. Bei relativen Feuchten über 65% ändert sich die Art des Übergangs und die Wasserschicht wirkt zunehmend wie ein Schmierfilm – die Reibung wird reduziert. Damit wird verständlich, daß makroskopische Körper sich mit vermindertem Reibungswiderstand aufeinander bewegen, da es hauptsächlich zu einer Bewegung innerhalb des Adsorbats kommt, welche von dessen Viskosität abhängt. Würde man von einem Punktkontakt auf eine makroskopische Fläche schließen, so sollten die Adsorbate eher wie eine Art Klebefilm wirken, der die Hafteigenschaften verstärkt.

Die Temperaturabhängigkeit der Reibungseigenschaften von Adsorbatfilmen ist ebenfalls von großem Interesse und sollte sich mit der Modulations-Reibungsmikroskopie untersuchen lassen. Glosli et. al. [89] führten hierzu molekulardynamische Simulationen in einem Temperaturbereich von  $0 < T < 300$  K durch, mit denen sie das Gleiten von zwei Flächen betrachteten. Auf den Oberflächen befand sich jeweils eine Monolage Kohlenwasserstoffketten, bei denen ein Ende an der Fläche fixiert war. Bei sehr geringen Temperaturen ( $< 20$  K) verhält sich das System vergleichbar wie das Modell der unabhängigen Oszillatoren (vgl. Abschnitt 2.3.2 auf Seite 7), es kommt zu *stick-slip*-Bewegungen mit geringer Reibung. In den Molekülketten treten harmonischen Schwingungen auf. Die Reibung nimmt mit steigender Temperatur zu und erreichte ein Maximum bei 80 K. Hier werden komplizierte Schwingungsmoden mit anharmonischer Kopplung (z. B. Torsionsmoden) in den Ketten angeregt und die Energie kann schnell in Gitterschwingungen der Körper umgewandelt werden. Bei hohen Temperaturen ( $> 100$  K) reduziert sich die Reibung wieder, da durch die starken Molekülschwingungen in den Ketten diese mit verringertem Widerstand aufeinander gleiten können. Die drei Zonen werden auch verglichen mit einem festkörperähnlichen Verhalten bei tiefen Temperaturen, einem fluiden Bereich

---

<sup>3</sup>Es ist noch nicht sicher, ob die klassisch hergeleitete Kelvin-Formel im atomaren Bereich angewendet werden kann [26].

## 6. *Einfluß von Oberflächenverunreinigungen und Abnutzungserscheinungen*

---

bei hohen Temperaturen und einer dazwischen liegenden amorphen Phase [18]. Mit einem kryotaugliche Reibungsmikroskop kann der Adsorbatfilm bis zu den Temperaturen des interessanten Übergangsbereichs mit maximaler Reibung untersucht werden. Bei hohen Temperaturen wären die Messungen aus den oben genannten Gründen wieder weniger sinnvoll.

## 7. Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Kraftmikroskop aufgebaut, das mittels Lock-In-Technik eine neu entwickelte Modulations-Reibungsmikroskopie unter sauberen Bedingungen ermöglicht. Ausgehend von theoretischen Überlegungen zu den verschiedenen Schwingungsmoden des Hebelarms wurde eine Meßart gewählt, bei der der Hebelarm zu Biegeresonanzschwingungen angeregt wird. Die Anregung erfolgt hierbei über die Kraft- und Reibungskopplung am Kontakt der Tastspitze mit der modulierten Probe.

Zunächst wurden die möglichen Abbildungskontraste zur Modulations-Reibungsmikroskopie näher untersucht. Bei der Analyse der Biegeresonanzkurve zeigte sich, daß das System des schwingenden Hebelarms in Verbindung mit der Reibungskopplung als nichtlinearer Oszillator beschrieben werden kann. Die Reibungsverluste des Systems machen sich dabei als Dämpfung der Oszillation bemerkbar. Die Abhängigkeit der Verlustleistung von der Modulationsamplitude der Probenschwingung konnte mit einem einfachen Feder-Masse-System erklärt werden. Die Größenordnung der Verlustleistung wird mit Hilfe der Theorie des schwingenden Balkens bestimmt und liegt auf HOPG-Proben bei einigen Nanowatt.

Das beobachtete nichtlineare Schwingverhalten läßt weiterhin auf eine Haft-Gleitbewegung der Tastspitze schließen, welche zum einen bei einem materialabhängigen charakteristischen Schwellenwert der Modulationsamplitude einsetzt und zum anderen von der Stärke der Auflagekraft abhängt.

Ausgehend von diesen Resultaten wurde ein Meßmodus entwickelt, der bei fester Frequenz in der Nähe der Biegeresonanz eine praktikable Meßzeit erlaubt (ca. 40 min/Bild). Verschiedene Einflüsse auf den Bildkontrast, die aber nicht der Reibung zuzusprechen sind wie z. B. lokale Oberflächenmorphologien, konnten ebenfalls erklärt und zum Teil durch geeignete Maßnahmen reduziert werden.

Mit diesem Verfahren wurde beobachtet, daß Oberflächenverunreinigungen einen massiven Bildkontrast erzeugen, der hauptsächlich durch die viskose Dämpfung der Spitzenoszillation durch Adsorbate bewirkt wird. Es wurde einerseits festgestellt, daß je nach Verschmutzungsgrad diese Verunreinigungen zum Teil mit der Tastspitze über die Oberfläche verteilt werden. Andererseits können auf sauberen Oberflächen oder bei nur geringer Verschmutzung Verunreinigungen an der Tastspitze auf diese Weise an Kanten und Stufen wieder entfernt werden. Wie Aufnahmen im Rasterelektronenmikroskop zeigen, ist die Tastspitze außerdem einem ständigen Verschleiß durch Abrieb unterworfen. Der Verrundungsradius am Spitzenapex verschlechtert sich dabei

nach ungefähr 100 Meßbildern von anfänglich 15 nm auf einige 100 nm. Bei glatten sauberen Proben hat dies allerdings keinen meßbaren Einfluß auf die Abbildungsqualität.

Auf sauberen Oberflächen wurde der Einfluß des Kristallgitters auf die Abbildungskontraste untersucht. Dabei zeigte sich, daß in den lokalen Haft–Gleitzyklen der Hebelarmschwingung höherfrequente Anteile enthalten sind, deren Ursache in der Periodizität des Gitters liegt. Erstmals gelang es diesen Effekt meßtechnisch so auszunutzen, um einen von der Kristallorientierung abhängigen Kontrast mit der Modulations–Reibungsmikroskopie zu erzielen. So konnte auf HOPG die Fläche einzelner Körner mit unterschiedlichem Kontrast abgebildet werden, obwohl in der gleichzeitig gemessenen, nahezu atomar glatten Topographie diese Körner nicht zu erkennen waren. In Zukunft sollte es auch möglich sein, mit dem in dieser Arbeit vorgestellten Meßverfahren auf anderen Probenmaterialien unterschiedliche Gitterorientierungen großflächig abzubilden.

# A. Theoretische Betrachtungen

## A.1. Differentialgleichung für statische Hebelarmauslenkung

Die Abbildung A.1 zeigt ein Segment eines ausgelenkten Hebelarms, bei dessen Verbiegung das Material oberhalb der neutralen Faser gestaucht und unterhalb gedehnt wird. Am Ort der neutralen Faser ändert sich die Länge des Hebelarms nicht. Entsprechend [67] kann nun die Differentialgleichung für einen statisch ausgelenkten Hebelarm hergeleitet werden.

Für kleine Winkel  $d\phi$  und den Krümmungsradius  $R$  ergibt sich für die Bogenlänge

$$ds = R \cdot d\phi \quad . \quad (A.1)$$

Man erhält für die Längenänderung  $dy$  einer Faser im Abstand  $z$  von der neutralen Faser:

$$dy = z \cdot d\phi \quad . \quad (A.2)$$

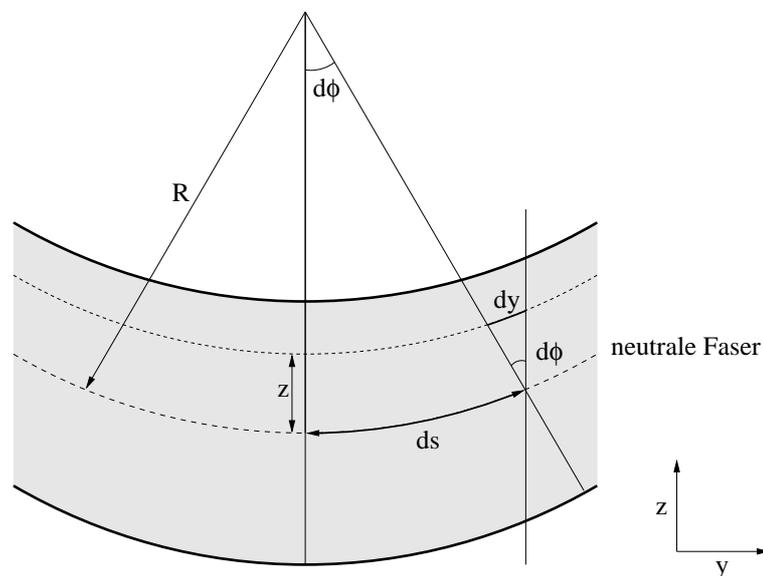


Abbildung A.1.: Ausschnitt aus einem statisch gebogenen Hebelarm.

Damit resultiert für eine relative Längenänderung (Dehnung)  $\epsilon$  mit den obigen Bedingungen:

$$\epsilon = -\frac{dy}{ds} = -\frac{z}{R} \quad . \quad (\text{A.3})$$

Die lokale Spannung  $\sigma$  im Abstand  $z$  von der neutralen Faser ergibt sich daraufhin aus dem Hookschen Gesetz (vgl. [90]) mit einem Elastizitätsmodul  $E$  zu

$$\sigma = E \cdot \epsilon = -E \frac{z}{R} \quad . \quad (\text{A.4})$$

Die Gleichgewichtsbedingung zwischen dem externen Drehmoment  $M$  und dem internen Drehmoment, welches sich aus den Spannungen in einem gegebenen Querschnitt  $A$  des Hebelarms zusammensetzt, lautet dann

$$M = -\int_A z \sigma \, dA \quad . \quad (\text{A.5})$$

Mit der Definition des Flächenträgheitsmoments  $I = \int_A z^2 \, dA$  erhält man die Beziehung

$$\frac{1}{R} = \frac{M}{E I} \quad . \quad (\text{A.6})$$

Benutzt man nun die Näherung

$$\frac{1}{R} \approx \frac{d^2 z}{dy^2} \quad , \quad (\text{A.7})$$

die für Kurven mit geringer Krümmung gilt, so folgt die zeitunabhängige Differentialgleichung:

$$\frac{d^2 z}{dy^2} = \frac{M}{E I} \quad . \quad (\text{A.8})$$

Die Lösung der Differentialgleichung (A.8) beschreibt die Biegekurve der neutralen Faser des Hebelarms, die sich unter den gegebenen statischen Randbedingungen ausbildet.

## A.2. Definition der Güte über die Breite der Resonanzkurve

Die Güte eines Systems kann über den Quotienten aus Resonanzfrequenz und Breite der Resonanzkurve am 3 dB-Punkt (Punkt halber Leistung) definiert werden, wobei dieselben Symbole wie im Abschnitt 3.6.3 gelten sollen:

$$Q = \frac{\omega_{\text{res}}}{\Delta\psi_{3\text{dB}}} \quad . \quad (\text{A.9})$$

Zur Bestimmung der Breite der Resonanzkurve am 3 dB–Punkt ermittelt man zunächst die Schwingungsamplitude über die Punkte, bei denen die folgende Bedingung erfüllt ist:

$$u_{3\text{dB}} = \frac{u_{\text{max}}}{\sqrt{2}} \quad . \quad (\text{A.10})$$

Damit lassen sich nun über die Gleichung  $u(\psi) = u_{3\text{dB}}$  die entsprechenden Frequenzen  $\psi_-$  und  $\psi_+$  auf beiden Seiten der Resonanzfrequenz  $\omega_{\text{res}}$  und die Breite der Resonanzkurve  $\Delta\psi_{3\text{dB}}$  ermitteln:

$$\Delta\psi_{3\text{dB}} = \psi_+ - \psi_- \quad \text{mit} \quad \psi_{\pm} = \sqrt{\underbrace{\omega_0^2 - 2\gamma^2}_{\text{Positionsterm}} \pm \underbrace{2\sqrt{\gamma^2(\omega_0^2 - 2\gamma^2)}}_{\text{Breitenterm}}} \quad . \quad (\text{A.11})$$

Im Fall geringer Dämpfung  $\gamma \ll \omega_0$  hängt die Position der Resonanz weitgehend von der Resonanzfrequenz des freien Schwingers  $\omega_0$  ab; d. h. von der Federkonstante  $k$  der Rückstellkraft. Die Breite der Resonanzkurve wird im wesentlichen durch den Dämpfungsterm  $\gamma$  vorgegeben. Man kann nun zeigen, daß  $\Delta\psi_{3\text{dB}} = \psi_+ - \psi_-$  für kleine Dämpfungen gegen  $2\gamma$  geht. Hierzu setzt man die Terme, bei denen die Exponenten von  $\gamma$  größer als Zwei werden, auf Null. Es ergibt sich die Beziehung (vgl. Gleichung (3.38) und (3.40))

$$Q \approx \frac{\omega_{\text{res}}}{2\gamma} \approx \frac{\omega_0}{2\gamma} \quad (\text{A.12})$$

für die Güte. Allgemein läßt sich sagen, daß für schwache Dämpfungen, d. h. hohe  $Q$ –Werte, die verschiedenen Definitionen der Güte ineinander übergehen.

### A.3. Simulationsmodell: Masse auf einer oszillierenden Ebene

Diese Computersimulation eines einfachen Modells (ähnliche Modelle werden z. B. in [56, 91, 92] eingesetzt) dient dazu, den Verlauf der Reibungsverluste in Abhängigkeit der Modulationsamplitude der Probe qualitativ zu erklären (vgl. Abschnitt 4.3.2 auf Seite 51). Im Modell wird der Hebelarm durch ein Feder–Masse–System repräsentiert. Eine Ebene  $a$ , die die Probe darstellt, wird mit der Amplitude  $\alpha$  sinusförmig moduliert. Ihr Ort  $x_a$ , ihre Geschwindigkeit  $v_a$  und ihre Beschleunigung  $a_a$  ändern sich demnach gemäß

$$x_a(t) = \alpha \sin \omega t \quad , \quad v_a(t) = \alpha \omega \cos \omega t \quad , \quad a_a(t) = -\alpha \omega^2 \sin \omega t \quad . \quad (\text{A.13})$$

Dabei wird die Masse  $m$  zusammen mit der Feder mit der Federkonstante  $D$  aufgrund von Reibungskräften  $F_R$  und der Rückstellkraft  $F_D$  zu Schwingungen angeregt und um  $x_m$  ausgelenkt (vgl. Abbildung A.2). Sie bewegt sich dann mit der Geschwindigkeit  $v_m = \dot{x}_m$ .

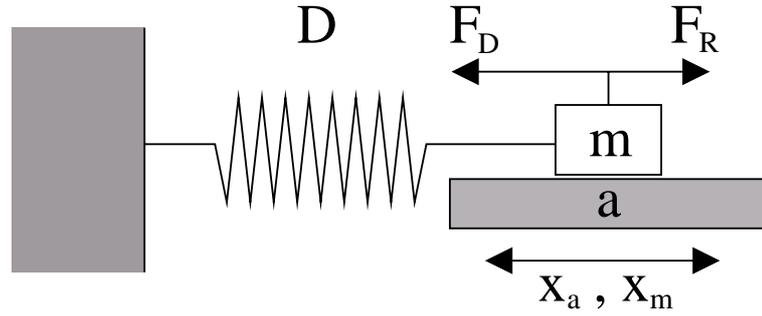


Abbildung A.2.: Modell für einen Hebelarm über einer modulierten Probe.

In jedem Zeitschritt der Simulation wird zunächst getestet, ob die Masse  $m$  an der Ebene  $a$  haftet. Ist das der Fall, so wird  $m$  von der Ebene weiterhin mitbewegt, daher gilt für den Ort  $x_m$ , die Geschwindigkeit  $v_m$  und die Beschleunigung  $a_m$  von  $m$

$$x_m = x_a \quad , \quad v_m = v_a \quad , \quad a_m = a_a . \quad (\text{A.14})$$

In diesem Fall ergibt sich für die Kraft  $F_m$ , die auf die Masse wirkt:

$$F_m = m \cdot a_m . \quad (\text{A.15})$$

Falls  $m$  gleitet werden mit Hilfe der Kräftebilanz

$$F_m = F_D + F_R = -D \cdot x_m + v_r \cdot \kappa \quad (\text{A.16})$$

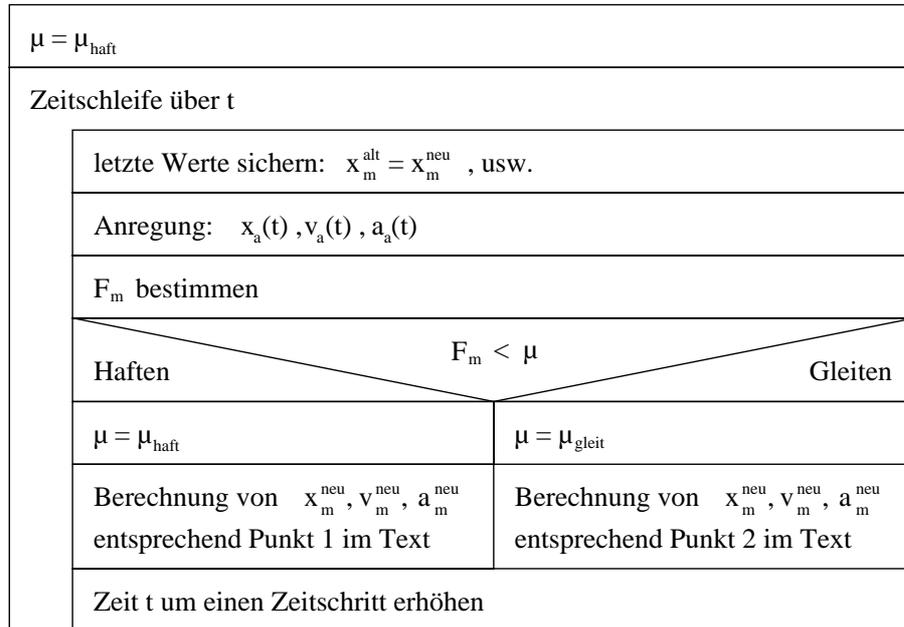
die Bewegungskenngrößen der Masse  $m$  bestimmt. Dabei wird eine Reibungskraft mit dem Dämpfungsfaktor  $\kappa$  angenommen, die linear von der Relativgeschwindigkeit  $v_r = v_a - v_m$  zwischen Probe und Masse abhängt. Die Masse  $m$  wird demnach über die Relativgeschwindigkeit  $v_r$  bzw.  $v_a$  durch die Probenmodulationsgleichungen (A.13) beeinflusst.

Um zwischen dem Haft- und dem Gleitzustand zu unterscheiden, definiert man einen Testvariable  $\mu$ , die mit dem physikalischen Reibungskoeffizient vergleichbar ist und je nachdem ob die Masse  $m$  haftet oder gleitet einen unterschiedlichen Wert hat.

$$\mu = \begin{cases} \mu_{\text{haft}} & \text{wenn } m \text{ auf } a \text{ haftet} \\ \mu_{\text{gleit}} & \text{wenn } m \text{ auf } a \text{ gleitet} \end{cases} \quad (\text{A.17})$$

Hiermit kann dann die folgende Fallunterscheidung getroffen werden:

1.  $|F_m| < \mu$  : Masse  $m$  haftet auf der Ebene  $a$ , diese nimmt die Masse  $m$  mit:  $x_m^{\text{neu}} = x_m^{\text{alt}} + (x_a^{\text{neu}} - x_a^{\text{alt}})$ . Die Geschwindigkeit und die Beschleunigung der Masse  $m$  entsprechen den Werten der Unterlage  $a$ . Die Kraft  $F_m$  wird nun über die Beziehung (A.15) ermittelt.



**Abbildung A.3.:** Struktogramm [93] der Computersimulation zu dem Modell des Hebelarms über einer modulierten Probe.

2.  $|F_m| \geq \mu$  : Masse  $m$  gleitet über die Ebene  $a$ .  $F_m$  wird mit Hilfe der Kräftebilanz (A.16) neu bestimmt und der Ort  $x_m$ , die Geschwindigkeit  $v_m$  und die Beschleunigung  $a_m$  werden mit Hilfe des Euler-Richardson-Verfahrens [77] berechnet.

Am Anfang der Simulation (Abbildung A.3) gleitet die Masse auf der Ebene. Reicht die Geschwindigkeit von  $m$  nicht mehr aus, dann bleibt die Masse auf der Ebene liegen und wird von dieser mitbewegt. Die an  $m$  angreifende Federkraft kann aber im Simulationsverlauf groß genug werden, um die Masse erneut zum Gleiten zu bringen. In der Regel wird  $m$  während einer Schwingungsperiode in der Nähe der maximalen Auslenkung der Ebene  $a$  von dieser mitgenommen (kleine Relativgeschwindigkeit zwischen  $a$  und  $m$ ) und gleitet zu den anderen Zeiten.

## B. Experimentelle Details

### B.1. Vergleich der Rasterbewegung mit der Modulationsbewegung der Tastspitze

#### Geschwindigkeit der Rasterbewegung

Für eine typische Bildaufnahme mit einer Breite von  $5\ \mu\text{m}$  und 300 Zeilen werden etwa 40 min benötigt. Beim Hin- und Rückscan werden dabei pro Zeile  $10\ \mu\text{m}$  in 8 s zurückgelegt. Man erhält für die Rastergeschwindigkeit mit der sich die Tastspitze über die Probenoberfläche bewegt einen Wert von  $1.25\ \mu\text{m/s}$ .

#### Geschwindigkeit der Modulationsbewegung

Geht man von einer sinusförmigen Probenmodulation mit der Frequenz  $\omega = 2\pi f_{\text{mod}}$  der Form

$$y = \frac{y_{\text{pp}}}{2} \cdot \sin \omega t \quad (\text{B.1})$$

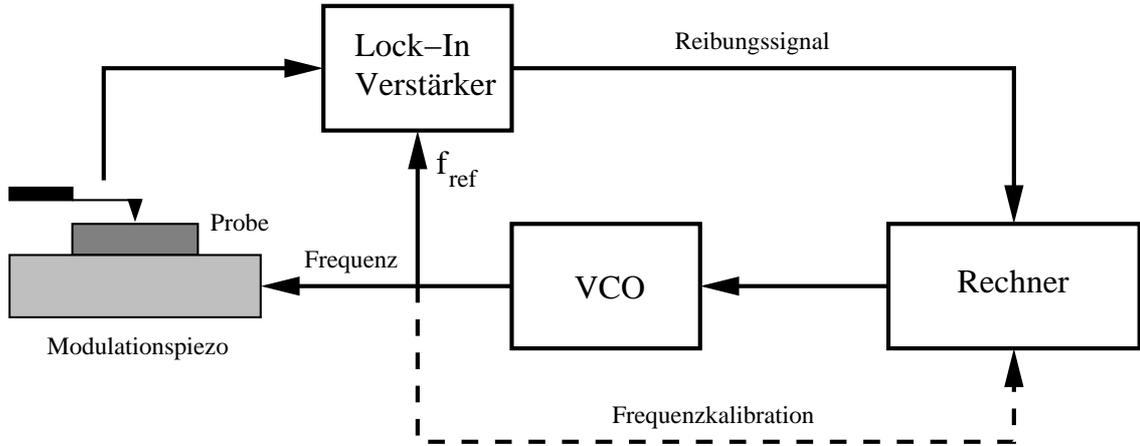
aus, so ergibt sich für die Geschwindigkeit  $v_y$  der Spitze bzw. die maximale Geschwindigkeit  $v_y^{\text{max}}$  der Spitze:

$$v_y = \frac{y_{\text{pp}}}{2} \omega \cdot \cos \omega t \quad ; \quad v_y^{\text{max}} = \pi y_{\text{pp}} f_{\text{mod}} \cdot \quad (\text{B.2})$$

Bei einer Modulationsfrequenz der Probe von  $f_{\text{mod}} = 60\ \text{kHz}$  und einer Modulationsamplitude (peak-peak) von  $y_{\text{pp}} = 15\ \text{nm}$  erhält man eine maximale Geschwindigkeit der Tastspitze durch die Probenmodulation von  $v_y^{\text{max}} \approx 2.8\ \text{mm/s}$ , die damit um drei Größenordnungen größer ist als die Rastergeschwindigkeit.

### B.2. Vorschlag für reibungsspektroskopische Untersuchungen in der Reibungsmikroskopie

Wie schon erläutert sind die Kurven der Biegeresonanz des Hebelarms entscheidend für die Kontrastbildung in der Modulations-Reibungsmikroskopie. Leider kann zur Zeit ein Reibungsbild nur bei fester Modulationsfrequenz und Amplitude aufgenommen werden, so daß man nicht unterscheiden kann, ob eine Schwingungsamplitudenänderung durch eine Resonanzverschiebung oder eine Verbreiterung der Kurve



**Abbildung B.1.:** Schema des Aufbaus zur Resonanzkurvenmessung durch einen Meßrechner

zustande kommt. Es wäre demnach vorteilhaft, für jeden Bildpunkt einer Aufnahme die gesamte Resonanzkurve zur Verfügung zu haben, um daraus später entsprechende Bilder zu generieren. Mit einem Spektrumanalysator sind solche Messungen zu zeitaufwendig. Es besteht aber die Möglichkeit, mit Hilfe des Meßrechners einen Frequenzgenerator zu justieren und mit der resultierenden Frequenz die Probe zu modulieren. Ferner würde diese Frequenz auch als Referenz  $f_{\text{ref}}$  für einen Lock-In-Verstärker dienen, der dann die Amplitude der Response des Systems liefern kann (vgl. Abbildung B.1). Fährt man nun mit dem Rechner die Frequenz im Bereich der Biegeresonanz durch, so erhält man eine komplette Resonanzkurve.

Als Frequenzgenerator kann ein spannungsgesteuerter Oszillator (VCO<sup>1</sup>) dienen. Eine Bildaufnahme sollte durch die zusätzlichen Kurvenmessungen nicht unverhältnismäßig lange dauern. Die Meßzeit  $t_K$  für eine Resonanzkurve in einem Frequenzintervall von  $f_{\text{SF}}$  bis  $f_{\text{EF}}$  läßt sich wie folgt bestimmen:

$$t_K = \sum_{i=1}^n \frac{m}{f_{\text{SF}} + i\Delta f} \quad \text{mit} \quad \Delta f = \frac{f_{\text{EF}} - f_{\text{SF}}}{n}. \quad (\text{B.3})$$

Hierbei ist  $n$  die Anzahl der Stützstellen der Resonanzkurve und  $m$  die Anzahl der Perioden, bis sich ein stabiler Amplitudenwert am Lock-In eingestellt hat. Für  $f_{\text{SF}} = 59 \text{ kHz}$ ,  $f_{\text{EF}} = 61 \text{ kHz}$ ,  $n = 200$  und  $m = 10$  erhält man  $t_K = 0.033 \text{ s}$ . Geht man nun von einer üblichen Bildaufnahmen mit 300 mal 300 Punkten aus, die etwa 40 min dauert, so verlängert sich durch die Aufnahme der Resonanzkurven die Meßzeit um 50 min. Darüberhinaus kann man noch mit etwa 10 min für die Digitalisierung der Amplitudenwerte rechnen, so daß man insgesamt akzeptable 100 min pro Bild erwarten kann. Im Gegensatz dazu lassen sich mit Hilfe eines handelsüblichen,

<sup>1</sup>Voltage Controlled Oscillator

programmierbaren Spektrumanalysators vielleicht zwei Resonanzkurven pro Sekunde erzielen, die sich insgesamt zu einer Meßzeit von zwölfteinhalb Stunden pro Bild summieren würden.

### **Messung der Resonanzkurven**

Anhand der Abbildung B.1 soll der Ablauf einer Resonanzkurvenmessung mit Hilfe eines Frequenzgenerators, hier durch einen VCO realisiert, verdeutlicht werden.

1. Am Anfang jeder Meßkurve sollte der VCO auf die Startfrequenz kalibriert werden, da geringe Driften und die Stabilität der erzeugten Frequenz nicht über das gesamte Bild garantiert werden können. Dies kann ebenfalls über den Meßcomputer geschehen, der hierzu die Spannung am VCO durchfährt bis die gewünschte Startfrequenz an der Probe anliegt.
2. Der Lock-In-Verstärker liefert einen Meßwert für die Amplitude der eingestellten Frequenz an den Rechner.
3. Die Frequenz am VCO in Richtung der Endfrequenz verschieben.
4. Wenn die Endfrequenz erreicht ist, wird der Hebelarm zum nächsten Rasterpunkt des Bildes weitergeschoben und wieder mit Schritt 1 gestartet. Ansonsten geht es mit Punkt 2 weiter.

## C. Hilfsmittel

### Geräte

Meßrechner:	Pentium 133 MHz, 32 MB-RAM, 2GB Festplatte, AD-DA Wandlerkarten von Computerboards, MS-DOS, Windows 95
Auswertungs-Workstations:	Sun SPARCstation IPC, Pentium III 300 MHz, 128 MB RAM, 20GB Festplatte, Linux 2.2.14
Meßinstrumente:	UHV-Kraftmikroskop (Eigenentwicklung) mit 3D-Inchworm-Positioniereinheit von Burleigh, HP Dynamic Signal Analyser 35670A, Stanford Research Systems Lock-In Amplifier SR 830
Sonstiges:	Mehrkammer UHV-Anlage von Varian

### Programme

Grafik:	XFig 3.2p3, Povray 3.1g
Mathematik und Datenvisualisierung:	Grace 5.1.2, Mathematica 3.0 und 4.0, Origin 4.1
Textsatzsystem:	KWrite 2.0, Nedit 5.1.1, $\text{\TeX}$ 3.14159, METAFONT 2.71, $\text{\LaTeX}$ 2e, dvipsk 5.86, kdvi 0.9e, gv 3.5.8

# Literaturverzeichnis

- [1] T. Göddenhenrich, S. Müller, C. Heiden, *A lateral modulation technique for simultaneous friction and topography measurements with the atomic force microscope*, Rev. Sci. Instrum. **65**(9), 2870 (1994).
- [2] D. Rugar, H.J. Mamin, R. Erlandson, J.E. Stern, B.D. Terris, *Force microscope using a fibre-optic displacement sensor*, Rev. Sci. Inst. **59**, 2337 (1988).
- [3] S. Müller, *Untersuchung von Reibungsphänomenen mit einem neu entwickelten Rasterkraftmikroskop*, Diplomarbeit im Fach Physik, Justus-Liebig-Universität Gießen (1993).
- [4] J. Colchero, *Reibungsmikroskopie*, Konstanzer Dissertationen Bd. **404**, Hartung-Gorre Verlag (1993).
- [5] N.W. Ashcroft, N.D. Mermin, *Solid State Physics*, Saunders College Publishing, Fort Worth, Philadelphia, San Diego (1976).
- [6] H.B.G. Casimir, D. Polder, *The Influence of Retardation on the London-van der Waals Forces*, Phys. Rev. **73**, 360 (1948).
- [7] J.N. Israelachvili, *Intermolecular and Surface Forces*, Academic Press, London, (1985).
- [8] T. Göddenhenrich, *Abbildung und Charakterisierung mikromagnetischer Oberflächenstrefelder mit einem neu entwickelten Magnetkraft-Mikroskop*, Dissertation im Fach Physik, Justus-Liebig-Universität Gießen und Forschungszentrum Jülich (1991).
- [9] N.A. Burnham, D.D. Dominguez, R.L. Mowery, R.J. Colton, *Probing the Surface Forces of Monolayer Films with an Atomic-Force Microscope*, Rev. Phys. Lett. **64**(16), 1931 (1990).
- [10] G.V. Dedkov, *Experimental and Theoretical Aspects of the Modern Nanotribology*, Phys. Stat. Sol. (a) **179**, 3 (2000).
- [11] I.L. Singer, H.M. Pollock (eds.), *Fundamentals of Friction: Macroscopic and Microscopic Processes*, NATO ASI Series E **220**, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht, Boston, London (1992).

- [12] J.H. Rose, J. Ferrante, J.R. Smith, *Universal Binding Energy Curves for Metals and Bimetallic Interfaces*, Phys. Rev. Lett. **47**, 675 (1981).
- [13] J. Tersoff, *Scanning Tunneling Microscopy and Related Methodes*, Kluwer Academic Puplichers, Dortrecht, Boston, London (1990).
- [14] C.J. Chen, *Attractive interatomic force as a tunneling phenomenon*, J. Phys.: Condens. Matter **3**(10), 1227 (1991).
- [15] U. Dürig, O. Züger, D.W. Pohl, *Force sensing in STM: Observation of adhesion forces on clean metal surfaces*, J. Microscopy **152**, 259 (1988).
- [16] G. Amontons, *Memoires de l'Academie Royal des Sciences*, Gerard Kyuper, Amsterdam (1706).
- [17] F.P.D. Bowden, D. Tabor, *Friction and Lubrication of Solids*, Part I, Oxford University Press, Oxford (1954).
- [18] B. Bhushan, J.N. Israelachvili, U. Landman, *Nanotribology: friction, wear and lubrication at the atomic scale*, Nature **374**, 607 (1995).
- [19] J. Krim, *Friction at the Atomic Scale*, Scientific American **10**, 48 (1996).
- [20] G.A. Tomlinson, Phil. Mag. Series **7**(7), 905 (1929).
- [21] Y.I. Frenkel, T. Kontorova, Zh. Eksp. Theor. Fiz. **8**, 1340 (1938).
- [22] G.M. McClelland, J.N. Glosi, *Friction at the Atomic Scale* in [11] auf Seite 405.
- [23] C.M. Mate, G.M. McClelland, R. Erlandsson, S. Chiang, *Atomic-scale friction of a tungsten tip on a graphit surface*, Phys. Rev. Lett. **59**(17), 1942 (1987).
- [24] H.K. Wickramasinghe, *Scanning probe microscopy: Current status and future trends*, J. Vac. Sci. Technol. A **8**(1), 363 (1990).
- [25] P.K. Hansma, V.B. Elings, O. Marti, C.E. Becker, *Scanning Tunneling Microscopy and Atomic Force Microscopy: Application to Biology and Technology*, Science **242**, 209 (1988).
- [26] N.A. Burnham, R.J. Colton, H.M. Pollock, *Interpretation issues in force microscopy*, J. Vac. Sci. Technol. A **9**(4), 2548 (1991).
- [27] C. Schöneberger, S.F. Alvarado, *Understandig magnetic force miroscopy*, Z. Phys. B **80**, 373 (1990).
- [28] Y. Martin, H.K. Wickramasinghe, *Magnetic imagine by "force microscopy" with 1000 Å resolution*, Appl. Phys. Lett. **50**(20), 1455 (1987).
- [29] Q. Zhong, D. Innis, K. Kjoller, V.B. Elings, *Fractured Polymer/Silica Fiber Surface Studied by Tapping-Mode Force Microscopy*, Surf. Sci. Lett. **290**, L688 (1993).

- [30] K. Yamanaka, A. Noguchi, T. Tsuji, T. Koike, T. Goto, *Quantitative material characterization by ultrasonic AFM*, Surf. Interface Anal. **27**, 600 (1999).
- [31] B.W. Chui, T.W. Kenny, H.J. Mamin, B.D. Terris, D. Rugar, *Independent detection of vertical and lateral forces with sidewall-implanted dual-axis piezoresistive cantilever*, Appl. Phys. Lett. **72**, 1388 (1998).
- [32] G. Binnig, H. Rohrer, C. Gerber, E. Weibel, *Tunneling through a controllable vacuum gap*, Appl. Phys. Lett. **40**, 178 (1982).
- [33] G. Binnig, C. Gerber, E. Stoll, T.R. Albrecht, C.F. Quate, *Atomic resolution with atomic force microscope*, Europhys. Lett. **3**, 1281 (1987).
- [34] J.G. Simmons, *Generalized Formula for the Electric Tunnel Effect between Similar Electrodes Separated by a Thin Insulating Film*, J. Appl. Phys. **34**, 1793 (1963).
- [35] J. Tersoff, D.R. Hamann, *Theory of the scanning tunneling microscope*, Phys. Rev. B **31**, 805 (1984).
- [36] T. Göddenhenrich, H. Lembke, U. Hartmann, C. Heiden, *Force microscope with capacitive displacement detection*, J. Vac. Sci. Technol. A **8**, 383 (1990).
- [37] G. Meyer, N.M. Amer, *Novel optical approach to atomic force microscopy*, Appl. Phys. Lett. **53**, 1045 (1988).
- [38] R. Erlandson, G.M. McClelland, C.M. Mate, S. Chiang, *Atomic force microscopy using optical interferometry*, J. Vac. Sci. Technol. A **6**, 266 (1988).
- [39] D. Schade, *Entwicklung und Aufbau eines Glasfaserinterferometers zur hochauflösenden Auslenkungsdetektion in der RKM*, Diplomarbeit des Lehrgebietes Technische Optik, Fachhochschule Aachen, (1992).
- [40] R. Lüthi, E. Meyer, H. Haefke, L. Howald, W. Gutmannsbauer, M. Guggisberg, M. Bammerlin, H.J. Güntherodt, *Nanotribology: an UHV-SFM study on thin films of C<sub>60</sub> and AgBr*, Surf. Sci. **338**, 247 (1995).
- [41] O. Marti, J. Colchero, J. Mlynek, *Combined scanning force and friction microscopy of mica*, Nanotechnology **1**, 141 (1990).
- [42] D. Rugar, H.J. Mamin, P. Güthner, *Improved fibre-optic interferometer for atomic force microscopy*, Appl. Phys. Lett. **55**, 2588 (1989).
- [43] C.M. Mate, *Atomic force microscopy study of polymer lubricants on silicon surfaces*, Phys. Rev. Lett. **68**, 3323 (1992).
- [44] G. Neubauer, S. Cohen, G.M. McClelland, D. Hornem, C.M. Mate, *Force microscopy using a bidirectional capacitance sensor*, Rev. Sci. Instrum. **61**, 2296 (1990).

- [45] S. Cohen, G. Neubauer, G.M. McClelland, *Nanomechanics of Au–Ir contact using a bidirectional atomic force microscope*, J. Vac. Sci. Technol. A **8**(4), 3449 (1990).
- [46] D. Tabor, R. Winterton, *The direct measurement of normal and retarded van der Waals forces*, Proc. R. Soc. Lond. A **312**, (1969).
- [47] M.Z. Huq, J.P. Celis, *Reproducibility of friction and wear results in ball–on–disc unidirectional sliding tests of TiN–alumina pairings*, Wear **212**, 151 (1997).
- [48] L. Rapoport, Y. Bilik, Y. Feldman, M. Homyonfer, S.R. Cohen, R. Tenne, *Hollow nanoparticles of WS<sub>2</sub> as potential solid–state lubricants*, Natur **387**, 791 (1997).
- [49] M. Radmacher, K. Eberle, H.E. Gaub, *An AFM with integrated micro fluorescence optics*, Ultramicroscopy **42-44**, 968 (1992).
- [50] A. Spsychalski, *Untersuchungen zum Resonanzverhalten von Mikrohebelarmen in der UHV–Kraft– und Reibungsmikroskopie*, Diplomarbeit im Fach Physik, Justus–Liebig–Universität Gießen (1997).
- [51] O. Marti, A. Ruf, M. Hipp, H. Bielefeldt, J. Colchero, J. Mlynek, *Mechanical and thermal effects of laser irradiation on force microscope cantilevers*, Ultramicroscopy **42-44**, 345 (1992).
- [52] M. Allegrini, C. Ascoli, P. Baschieri, F. Dinelli, C. Frediani, A. Lio, T. Mariani, *Laser thermal effects on atomic force microscope cantilevers*, Ultramicroscopy **42-44**, 371 (1992).
- [53] J.Colchero, M. Luna, A.M. Baro, *Lock–in technique for measuring friction on a nanometer scale*, Appl. Phys. Lett. **68**(20), 2896 (1996).
- [54] H.-U. Krottil, E. Weilandt, T. Stifter, O. Marti, S. Hild, *Dynamic Friction Force Measurement with the Scanning Force Microscope*, Surf. Interface Anal. **27**, 341 (1999).
- [55] O.B. Wright, N. Nishiguchi, *Vibrational dynamics of force microscopy: Effect of tip dimensions*, Appl. Phys. Lett. **71**, 626 (1997).
- [56] U. Rabe, J. Turner, W. Arnold, *Analysis of the high-frequency response of atomic force microscope cantilevers*, Appl. Phys. A **66**, 277 (1998).
- [57] T. Spalvins, *A review of recent advances in solid film lubrication*, J. Vac. Sci. Technol. A **5**(2), (1987).
- [58] I.L. Singer, R.N. Bolster, J. Wegand, S. Fayeulle, *Hertzian stress contribution to low friction behaviour of thin MoS<sub>2</sub> coatings*, Appl. Phys. Lett. **57**(10), (1990).
- [59] S. Morita, S. Fujisawa, Y. Sugawara, *Spatially quantized friction with lattice periodicity*, Surface Science Reports **23**(1), 1 (1996).

- [60] W. Bergmann, *Werkstofftechnik, Teil 2: Anwendungen*, Hanser Studienbücher, Wien (1987).
- [61] M. Meyer, *Aufbau und Test eines Raster-Tunnel-Mikroskops für den Einsatz im Ultrahochvakuum*, Diplomarbeit im Fach Physik, Justus-Liebig-Universität Gießen (1998).
- [62] I.P. Batra, S. Ciraci, *Theoretical scanning tunneling microscopy and atomic force microscopy study of graphite including tip-surface interaction*, J. Vac. Sci. Technol. A **6**(2), 313 (1987).
- [63] O. Kurtz, *Das Wachstum von Rhodium auf einer Graphit(0001)- und einer Rhenium(0001)-Oberfläche*, Dissertation im im Fach Chemie, Frei Universität Berlin (1999).
- [64] R.G. Dickinson, L. Pauling, *The crystal structure of molybdenite*, J. Am. Chem. Soc. **45**, 1466 (1923).
- [65] G.W. Stupian, M.S. Leung, *Imaging of MoS<sub>2</sub> by scanning tunneling microscopy*, Appl. Phys. Lett. **51**(19), 1560 (1987).
- [66] M.A. Lantz, S.J. O'Shea, A.C.F. Hoole, M.E. Welland, *Lateral stiffness of the tip and tip-sample contact in friction force microscopy*, Appl. Phys. Lett. **70**, 970 (1996).
- [67] D. Sarid, *Scanning Force Microscopy*, Oxford University Press, Oxford (1991).
- [68] L. Bergmann, C. Schaefer, *Lehrbuch der Experimentalphysik, Band 1*, 10. Auflage, Verlag Walter de Gruyter, Berlin, New York (1990).
- [69] W. Nolting, *Grundkurs Theoretische Physik. 1 Klassische Mechanik*, 5. Auflage, Vieweg Verlag, Braunschweig, Wiesbaden (1997).
- [70] R.P. Feynman, R.B. Leighton, M. Sands, *Vorlesungen über Physik Band 1: Mechanik, Strahlung, Wärme*, 2. Auflage, R. Oldenbourg Verlag, München, Wien (1991).
- [71] T.R. Albrecht, P. Grütter, D. Horner, D. Rugar, *Frequency modulation detection using high-Q cantilevers for enhanced force microscope sensitivity*, J. Appl. Phys. **69**(2), 668 (1991).
- [72] A. Szychalski-Merle, K. Krischker, T. Göddenhenrich, C. Heiden, *Friction contrast in resonant cantilever vibration mode*, Appl. Phys. Lett. **77**(4), 501 (2000).
- [73] N.N. Bogoliubov, Y.A. Mitropolsky, *Asymptotic methods in the theory of non-linear oscillations*, Gordon and Breach Science Publishers, New York (1961).
- [74] O. Zwörner, H. Hölscher, U.D. Schwarz, R. Wiesendanger, *The velocity dependence of friction forces in point-contact friction*, Appl. Phys. A **66**, S263 (1998).

- [75] U. Dürig, O. Züger, D.W. Pohl, *Observation of Metallic Adhesion Using the Scanning Tunneling Microscope*, Phys. Rev. Lett. **65**(3), 349 (1990).
- [76] J. Ruan, B. Bhushan, *Frictional behavior of highly oriented pyrolytic graphite*, J. Appl. Phys. **76**(12), 8117 (1994).
- [77] H. Gould, J. Tobochnik, *An Introduction to Computer Simulation Methods – Application to Physical Systems*, 2nd Edition, Addison–Wesley Publishing Company, Reading, Menlo Park, New York (1996).
- [78] R.J.A. van den Oetelaar, C.F.J. Flips, *Atomic–scale friction on diamond (111) studied by ultra–high vacuum atomic force microscopy*, Surface Science **384**, 828 (1997).
- [79] B. Bhushan, *Nanoscale tribophysics and tribomechanics*, Wear **225–229**, 465 (1999).
- [80] M.O. Watanabe, T. Kuroda, K. Tananka, A. Sakai, *Scanning tunneling microscopy observation of crystal growth of deposited gold films during annealing*, J. Vac. Sci. Technol. **B9**(2), 924 (1991).
- [81] R. Emch, J. Nogami, M.M. Dovek, C.A. Lang, C.F. Quate, *Characterization of gold surfaces for use as substrates in scanning tunneling microscopy studies*, J. Appl. Phys. **65**(1), 79 (1989).
- [82] H. Hertz, (Hrsg. P. Lenard), *Gesammelte Werke*, Verlag Johann Ambrosius Barth, Leipzig (1894).
- [83] B.V. Derjaguin, V.M. Muller, P.Y. Toporov, *Effect of Contact Deformations on the Adhesion of Particles*, J. Coll. Interf. Sci. **53**, 314 (1975).
- [84] N.H. Burnham, R.J. Colton, *Measuring the nanomechanical properties and surface forces of materials using an atomic force microscope*, J. Vac. Sci. Technol. A **7**(4), 2906 (1989).
- [85] M.R. VanLandingham, S.H. McKnight, G.R. Palmese, J.R. Ellings, X. Huang, T.A. Bogetti, R.F. Eduljee, *Nanoscale indentation of polymer systems using the atomic force microscope*, Journal of Adhesion **64**, 31 (1997).
- [86] I.L. Singer, *Solid Lubrication Progress* in [11] auf Seite 237.
- [87] T. Spalvins, *Tribological Properties of Sputtered MoS<sub>2</sub> Films in Relation to Film Morphology*, Thin Solid Films **73**, 291 (1980).
- [88] B. Bhushan, S. Sundararajan, *Micro/Nanoscale friction and wear mechanisms of thin films using atomic force and friction microscopy*, Acta Mater. **46**, 3793 (1998).
- [89] J.N. Glosli, G.M. McClelland, *Molecular Dynamics Study of Sliding Friction of Ordered Organic Monolayers*, Phys. Rev. Lett. **70**(13), 1960 (1993).

- [90] H. Stöcker, *Taschenbuch der Physik*, 2. Auflage, Verlag Harri Deutsch, Thun, Frankfurt a. M. (1994).
- [91] N. Sasaki, M. Tsukada, K. Abe, N. Sato, *Dynamics of the cantilever in noncontact atomic force microscopy*, Appl. Phys. A **66**, 287 (1998).
- [92] U. Dürig, *Conservative and Dissipative Interactions in Dynamic Force Microscopy*, Surf. Interface Anal. **27**, 467 (1999).
- [93] *Struktogramme nach Nassi–Shneiderman*, Deutsches Institut für Normung e. V., DIN 66261

# Danksagung

Besonders möchte ich mich bei dem leider verstorbenen Herrn Prof.Dr. C. Heiden bedanken, der diese Arbeit anregte und mich über mehrere Jahre unterstützte. Herr Prof.Dr. C.-D. Kohl hat freundlicherweise die Doktorvaterschaft nach dem Tod von Herrn Heiden übernommen und verdient ebenfalls meinen besten Dank.

Darüberhinaus möchte ich mich bei allen Mitgliedern des Instituts die mich unterstützt haben für die hervorragende Arbeitsatmosphäre herzlich bedanken, im besonderen bei:

- Herrn Dr. T. Göddenhenrich für die kompetente und umfassende Betreuung und das freundschaftliche Arbeitsklima.
- Herrn Dipl.Phys. A. Spsychalski–Merle, Herrn Priv.Doiz.Dr. M. Mück und die vielen anderen, die mir mit zahlreichen Ratschlägen und nützlichen Diskussionen weitergeholfen haben.
- Herrn M. Wagner, stellvertretend für die gesamte feinmechanische Werkstatt, für die Anfertigung aller erforderlichen mechanischen Komponenten.
- Frau B. Reichart für die Beratung bei der Anfertigung der Photographien.
- Frau D. Kirschbaum für die Abmilderung bürokratischer Hindernisse im Universitätsbetrieb.

Auch außerhalb der Universität Gießen wurde ich unterstützt. So hat das *Royal Ontario Museum*, 100 Queens Park, Toronto (Ontario, Canada) die MoS<sub>2</sub>-Proben zur Verfügung gestellt und das gesamte Forschungsvorhaben wurde von der Volkswagenstiftung gefördert (Förderkennzeichen I/69 574).

Ein besonderes Dankeschön geht an meine Eltern und Großeltern für die finanzielle und materielle Unterstützung während des Studiums und der Promotion. Nicht vergessen werden darf meine Frau Dipl.Phys. A. Ordemann, die aus einem etwas anderen Blickwinkel wertvolle Hinweise und Vorschläge unterbreiten konnte, und natürlich mein Sohn L.A. Krischker, der diese Arbeit auf eine subtile Weise beeinflusst hat.

Ich versichere, daß ich die vorliegende Arbeit selbständig angefertigt und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel verwendet habe.

Linden, den 23. Mai 2001