

**Rasterkraftmikroskopische Untersuchungen  
zur Reibung von Silicium- und  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Einkristalloberflächen  
im Kontakt mit Silicium**

**S. Franzka**

**INSTITUT FÜR KERAMIK IM MASCHINENBAU  
UNIVERSITÄT KARLSRUHE**



# **Rasterkraftmikroskopische Untersuchungen zur Reibung von Silicium- und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- Einkristalloberflächen im Kontakt mit Silicium**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines  
Doktors der Ingenieurwissenschaften

an der Fakultät für Maschinenbau der  
Universität Karlsruhe (TH)  
genehmigte

## **Dissertation**

von

Dipl.-Phys. Steffen Franzka  
aus Lübben

Tag der mündlichen Prüfung:	6. Mai 1999
Hauptreferent:	Prof. Dr.-Ing. K.-H. Zum Gahr
Korreferent:	Prof. Dr. rer. nat. Th. Schimmel



Die vorliegende Dissertation ist das Ergebnis meiner Tätigkeit als Doktorand am Institut für Werkstoffkunde II der Universität Karlsruhe (TH) und entstand zwischen Januar 1993 und Februar 1999. Die Arbeit wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft im Rahmen des Graduiertenkollegs 'Technische Keramik' der Universität Karlsruhe (TH) finanziell gefördert.

Bedanken möchte ich mich zunächst bei Herrn Prof. Dr.-Ing. K.-H. Zum Gahr, der mir die Gelegenheit gab diese Arbeit anzufertigen und sie über die Jahre hin unterstützt hat. Herrn Prof. Dr. rer. nat. Th. Schimmel danke ich für die freundliche Übernahme des Korreferates sowie Herrn Prof. Dr.-Ing. F. Thümmel für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes.

Mein herzlichster Dank gilt Herrn Dr.-Ing. B. Meier, dessen stets offene Tür mich zu vielen interessanten und anregenden Diskussionen einlud, die nicht nur in wissenschaftlicher Hinsicht meine Arbeit begleitet und beeinflußt haben. In gleicher Weise möchte ich mich bei Herrn Dr.-Ing. J. Schneider bedanken. Das anhaltend freundschaftliche Verhältnis und seine beharrliche Unterstützung in Wort und Tat waren mir in den vergangenen Jahren sowohl Hilfe als auch ausgesprochenes Vergnügen.

Besonderer Dank gebührt allen Kolleginnen und Kollegen des Instituts für Werkstoffkunde II der Universität Karlsruhe, die mir jederzeit hilfreich zur Seite standen und mich durch ihre tatkräftige Mitarbeit und ihr persönliches Interesse an meiner Arbeit unterstützt haben. Lagen auch die von mir betrachteten Kräfte oft neun Größenordnungen von den anderen entfernt, so war es mir doch immer ein Vergnügen, an den verschiedensten Projekten mitarbeiten zu können und damit über mein spezielles Themengebiet hinaus etwas Neues kennengelernt zu haben. Die freundliche Atmosphäre und die gute Zusammenarbeit haben mir viel Freude bereitet und werden mir in angenehmer Erinnerung bleiben.

Ebenso möchte ich mich bei all jenen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Instituts für Materialforschung I des Forschungszentrums Karlsruhe herzlich bedanken, die mir im Rahmen meiner Tätigkeit behilflich waren. Insbesondere Herrn Dr. P. Schlossmacher danke ich für sein großes Engagement bei den TEM-Untersuchungen.

Nicht zuletzt ist es mir ein großes Anliegen, meinen Eltern sowie allen Freunden und Bekannten, die in unterschiedlichster Weise geholfen haben, diese Arbeit zum Abschluß zu bringen, von Herzen für ihr Vertrauen und ihre Zuwendung zu danken.

Karlsruhe, im Mai 1999

Steffen Franzka



Bild: RKM-Topographie einer auf Silicium mittels elektronenstrahlinduzierter Deposition erzeugten Me<sub>2</sub>Au(tfac)-Struktur (Deposition: J. Kretz, IAP TH Darmstadt 1993)



## Kurzfassung

Für die Untersuchung tribologisch relevanter Wechselwirkungsmechanismen steht mit der Rasterkraftmikroskopie ein Verfahren zur Verfügung, bei dem vom makroskopischen Standpunkt aus gesehen, die Tastspitze ein Modell für eine Einzelrauheit im Gleitkontakt mit einer Probenoberfläche darstellt. Diese Vereinfachung gestattet es, Rückschlüsse auf bestimmende Faktoren bei der Reibung im Mikro- und Submikrometerbereich zu erhalten.

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden rasterkraftmikroskopische Untersuchungen zur Reibung von Silicium- und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - (Saphir)-Einkristalloberflächen im Gleitkontakt mit Siliciumspitzen unter Variation der Beanspruchungsparameter und der Umgebungsbedingungen durchgeführt. Die zur Verfügung stehenden Rasterkraftmikroskope wurden hierzu durch die erforderlichen Versuchseinrichtungen ergänzt. Des weiteren wurden notwendige Verfahren zur Probenvorbereitung sowie Methoden zur Versuchsdurchführung und Auswertung der experimentellen Daten erarbeitet.

Ausgehend von der Charakterisierung der Silicium- und Saphir-Oberflächen wurden topographiebedingte Abhängigkeiten der Reibung aufgezeigt. Der in Verbindung mit der Reibungsbeanspruchung festgestellte Verschleiß an den Siliciumspitzen wurde anhand von raster- und transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen sowie der in-situ-Bestimmung der Spitzengeometrie aus rasterkraftmikroskopisch aufgenommenen Topographien nachgewiesen.

Bei der Untersuchung der Reibung zwischen Silicium und Silicium bzw. Saphir und Silicium wurde insbesondere der Einfluß der relativen Luftfeuchte und der extern aufgeprägten Auflagekraft auf die Reibungskraft bestimmt. Ergänzende Informationen zu den Wechselwirkungskräften wurden aus der Messung von Kraft-Weg-Kurven gewonnen.

Die Reibungsmessungen zeigten für beide Materialpaarungen, daß bei konstant gehaltener Luftfeuchte die Reibungskraft mit steigender Auflagekraft zunahm. Für eine konstante Auflagekraft war mit steigender Luftfeuchte ein Anstieg der Reibungskraft zu verzeichnen, wobei spezifische Zusammenhänge mit der Zunahme der statischen Abrißkraft in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte festzustellen waren.

Die beobachteten Abhängigkeiten wurden mit Modellen zur Reibung verglichen und bewertet. Danach war die Reibung zwischen Silicium und Silicium hauptsächlich durch die Adsorption von Wasser aus der feuchten Luft beeinflusst. Hinsichtlich der Reibung zwischen Saphir und Silicium wurde der Einfluß einer Oberflächenreaktionsschicht diskutiert, von der die Saphir-oberflächen unter der Einwirkung der feuchten Luft bedeckt waren. Unter Berücksichtigung der adhäsiven Normalkraftkomponenten wurde für beide Materialpaarungen die Reibungszahl bestimmt.



# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1 Tribologische Grundlagen .....	2
1.1.1 Grundbegriffe .....	2
1.1.2 Makro- und Mikrotribologie .....	4
1.2 Rastersondenmikroskopie .....	5
1.3 Materialspezifische Grundlagen .....	7
1.3.1 Silicium und Siliciumoberflächen .....	7
1.3.2 Aluminiumoxid und Aluminiumoxidoberflächen .....	10
1.3.3 Untersuchungen zur Reibung .....	13
1.4 Zielsetzung .....	18
<b>2. Rasterkraftmikroskopie</b>	<b>19</b>
2.1 Funktionsprinzip.....	19
2.2 Meßmethoden.....	21
2.2.1 Reibungskraftmikroskopie.....	23
2.2.2 Topographie- und Lateralkraftkontrast .....	27
2.2.3 Kraftspektroskopie.....	28
<b>3. Versuchsmaterialien und experimentelle Methoden</b>	<b>31</b>
3.1 Versuchsmaterial und Probenpräparation .....	31
3.1.1 Silicium-Einkristall .....	31
3.1.2 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Einkristall (Saphir) .....	32
3.1.3 Sondenspitzen .....	33
3.2 Experimentelle Methoden .....	35
3.2.1 Standard- und Table-Top-RKM .....	35
3.2.2 Messung der Topographie .....	38
3.2.3 Messung der Reibungskraft .....	40
3.2.4 Messung von Kraft-Weg-Kurven .....	44
3.2.5 Variation der Versuchsparameter .....	45
3.3 Mikroskopische und analytische Untersuchungen .....	48

<b>4. Versuchsergebnisse</b>	<b>51</b>
4.1 Silicium-Einkristall .....	51
4.1.1 Oberflächencharakterisierung .....	51
4.1.2 Siliciumspitzen im Reibungskontakt mit Silicium .....	54
4.1.3 Einsprung- und Abrißkraft .....	57
4.1.4 Reibungskraft zwischen Silicium und Silicium .....	60
4.1.4.1 Einfluß der Topographie .....	60
4.1.4.2 Einfluß der Auflagekraft .....	64
4.1.4.3 Einfluß der relativen Luftfeuchte .....	66
4.1.4.4 Einfluß der Temperatur .....	69
4.1.5 Oberflächenveränderungen durch den Reibungskontakt .....	72
4.2 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Einkristall (Saphir) .....	74
4.2.1 Oberflächencharakterisierung .....	74
4.2.2 Siliciumspitzen im Reibungskontakt mit Saphir .....	79
4.2.3 Einsprung- und Abrißkraft .....	80
4.2.4 Reibungskraft zwischen Saphir und Silicium .....	82
4.2.4.1 Einfluß der Topographie .....	82
4.2.4.2 Einfluß der Auflagekraft .....	84
4.2.4.3 Einfluß der relativen Luftfeuchte .....	87
4.2.4.4 Einfluß der Gleitgeschwindigkeit .....	90
4.2.5 Oberflächenveränderungen durch den Reibungskontakt .....	91
4.2.6 Oberflächenveränderungen unter Einwirkung von Wasser .....	94
<b>5. Diskussion</b>	<b>97</b>
5.1 Oberflächencharakterisierung .....	97
5.1.1 Siliciumoberflächen .....	97
5.1.2 Saphiroberflächen .....	98
5.2 Charakterisierung der Siliciumspitzen .....	101
5.3 Reibungskraft- und Kraft-Weg-Messung .....	107
5.3.1 Fehlergrößen bei der Reibungskraft- und Kraft-Weg-Messung .....	107
5.3.2 Bewertung der Einsprung- und Abrißkraftmessung .....	108
5.4 Reibungs- und Kontaktwechselwirkungen zwischen Silicium und Silicium .....	114
5.5 Reibungs- und Kontaktwechselwirkungen zwischen Saphir und Silicium .....	129
<b>6. Zusammenfassung</b>	<b>143</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>147</b>

# Symbole und Abkürzungen

$A_G$	geometrische Kontaktfläche .....	$m^2$
$A_H$	HAMAKER-Konstante .....	J
$A_R$	reale Kontaktfläche .....	$m^2$
$A_{R, FK}$	reale Festkörperkontaktfläche .....	$m^2$
$A_{R, Hertz}$	reale Kontaktfläche (nach HERTZ-Modell) .....	$m^2$
$A_{R, JKR}$	reale Kontaktfläche (nach JKR-Modell).....	$m^2$
$A_{R, KK}$	reale Kapillarkontaktfläche.....	$m^2$
$B_C$	Cantileverbreite .....	m
$B_t$	Spitzenendbreite .....	m
$C$	Konstante .....	-
$C_0, C_1, C_2$	Anpassungsparameter .....	-
$C_a, C_b, C_b$	Anpassungsparameter .....	-
$C_{kap}$	systemspezifische Konstante .....	-
$C_v$	systemspezifische Konstante .....	-
$D_C$	Cantileverdicke .....	m
$d$	Abstand, in der Kraft-Abstands-Kurve gilt $d = d_{SP}$ .....	m
$d^*$	Schichtdicke .....	m
$d_E$	Abstand zwischen Spitze und Probe beim Einsprung .....	m
$d_{SP}$	Abstand zwischen Spitzen- und Probenoberfläche .....	m
$E$	Elastizitätsmodul .....	GPa
$E_{eff}$	effektiver Elastizitätsmodul .....	GPa
$F$	Kraft .....	N
$\vec{F}$	Kraft (Vektor) .....	N
$F_A$	Abrißkraft, Adhäsionskraft .....	N
$F_A^*$	Näherungswert für $F_{A, dyn}$ (Anpassungsparameter) .....	N
$F_{A, dyn}$	Abrißkraft aus der Gleitbewegung (dynamische Abrißkraft) .....	N
$F_{A, JKR}$	Abrißkraft (nach JKR-Modell) .....	N
$F_{adh}$	Festkörperadhäsionskraft .....	N
$f_C$	Resonanzfrequenz (Cantilever) .....	Hz
$F_E$	Einsprungkraft .....	N
$F_K$	Kontaktkraft .....	N
$F_{kap}$	Kapillarkraft .....	N
$F_L$	Auflagekraft (extern aufgeprägte Normalkraftkomponente) .....	N
$F_{L, Abriß}$	Auflagekraft bei Kontaktabriß aus der Gleitbewegung .....	N

$F_{L, \max}$	maximale Auflagekraft bei der Kraft-Weg-Messung .....	N
$F_N$	Normalkraft .....	N
$F_R$	Reibungskraft .....	N
$F_{R, \text{Abri\ss}}$	Reibungskraft bei Kontaktabri\ss aus der Gleitbewegung .....	N
$F_{R, \min}, F_{R, \max}$	minimale bzw. maximale Reibungskraft .....	N
$F_{R, \text{stat}}, F_{R, \text{dyn}}$	statische bzw. dynamische Reibungskraft .....	N
$F_{\text{vdW}}$	van der Waals-Kraft .....	N
$F_{\text{WW}}$	Wechselwirkungskraft .....	N
$F_x, F_y, F_z$	Kraftkomponenten .....	N
$G$	Schubmodul .....	GPa
$g$	Graustufenverteilung .....	-
$h$	Topographieh\ohe .....	m
$h_m$	mittlere Topographieh\ohe .....	m
$h_{\min}, h_{\max}$	minimale bzw. maximale Topographieh\ohe .....	m
$i$	laufender Index .....	-
$I_y$	Fl\achentr\agheitsmoment .....	m <sup>4</sup>
$k_C$	vertikale Federkonstante (Cantilever) .....	N/m
$k_{\text{eff}}$	effektive Federkonstante .....	N/m
$k_Q$	Querfederkonstante (Cantilever) .....	N/m
$k_T$	Torsionsfederkonstante (Cantilever) .....	N/m
$L_C$	Cantileverl\ange .....	m
$L_{\text{eff},y}$	effektive Cantileverbiegel\ange bei einer Kraft $F_y$ .....	m
$L_{\text{eff},z}$	effektive Cantileverbiegel\ange bei einer Kraft $F_z$ .....	m
$L_t$	Spitzenl\ange .....	m
$M_B, M_T$	Biege- bzw. Torsionsmoment .....	Nm
$N$	Anzahl von Me\sspunkten .....	-
$\vec{n}$	Einheitsvektor der Oberfl\achennormalen .....	-
$p$	Dampfdruck .....	Pa
$p_0$	S\attigungsdampfdruck .....	Pa
$p_m$	mittlere Fl\achenpressung .....	Pa
$R$	Kugelradius .....	m
$R_a$	arithmetischer Mittenrauhwert .....	m
$R_{\max}$	maximale Rauhtiefe .....	m
$R_q$	geometrischer Mittenrauhwert .....	m
$R_t$	Spitzenendradius .....	m
$R_Z$	Zylinderradius (\u00c4quivalenzradius) .....	m
$s$	Weg in der Kraft-Weg-Kurve .....	m
$s_E$	Weg in der Kraft-Weg-Kurve beim Einsprung .....	m
$s_G$	Gleitweg .....	m
$S_T, S_V$	Sensorempfindlichkeit .....	m/V
$s(x,y), s_x, s_y$	lokale Topographiesteigung .....	-
$t$	Zeit .....	s
$T_P$	Probentemperatur .....	\u00b0C
$\vec{t}_x, \vec{t}_y$	Einheitsvektoren der lokalen Oberfl\achenebene .....	-

$U_{12}$	Adhäsionsenergie .....	J
$U_A, U_B, U_C, U_D$	Sensorteilspannungen .....	V
$U_{L-R}$	Sensorspannung der Torsionsauslenkung .....	V
$U_{O-U}$ ,	Sensorspannung der Vertikalauslenkung .....	V
$U_z$	Steuerspannung des z-Piezoscanners .....	V
$v$	= $v_G/v_0$ .....	-
$v_0$	systemspezifische Geschwindigkeit .....	m/s
$V_a$	Adsorptionsvolumen .....	mol/m <sup>2</sup>
$v_G$	Raster- bzw. Gleitgeschwindigkeit .....	m/s
$V_L$	Flüssigkeitsvolumen .....	m <sup>3</sup>
$V_m$	monomolekulare Grenzflächenkonzentration .....	mol/m <sup>2</sup>
$x, y, z$	Raumrichtungen im kartesischen Koordinatensystem.....	-
$+x, -x$	Rasterrichtung im Normalmode (Vorlauf- bzw. Rücklauf) .....	-
$+y, -y$	Rasterrichtung im Parallelmode (Vorlauf- bzw. Rücklauf) .....	-
$z$	Cantileverauslenkung in z-Richtung .....	m
$\bar{z}$	Einheitsvektor in z-Richtung .....	-
$z_B$	Abstand der Cantileverbasis zur Bezugsebene .....	m
$z_C$	Cantileverauslenkung aus der Ruhelage .....	m
$z_P$	Längenausdehnung des z-Piezoaktuators (Weg) .....	m
$\alpha_{FK}$	relativer Anteil der Festkörperkontaktfläche .....	-
$\alpha_N$	Auslenkungswinkel .....	rad
$\alpha_T$	Torsionswinkel .....	rad
$\alpha_t$	Spitzenöffnungswinkel .....	Grad
$\delta, \Delta$	Änderung bzw. Differenz .....	-
$\gamma_L$	Oberflächenspannung .....	N/m
$\gamma_1, \gamma_2, \gamma_{SV}$	Oberflächenenergie .....	J/m <sup>2</sup>
$\gamma_{12}$	Grenzflächenenergie .....	J/m <sup>2</sup>
$\Gamma$	Geometriefaktor .....	-
$\varphi$	relative Luftfeuchte .....	%
$\kappa$	Exponent .....	-
$\lambda$	= $2L_t/L_C$ .....	-
$\Lambda$	= $L_t/(2L_C)$ .....	-
$\mu$	Reibungszahl .....	-
$\mu^*$	Reibungszahl, $\mu^* = F_R/(F_L + F_{A, dyn})$ .....	-
$\mu_{dyn}, \mu_{stat}$	statische bzw. dynamische Reibungszahl .....	-
$\nu$	Poisson-Zahl .....	-
$\theta$	Benetzungswinkel .....	Grad
$\rho$	Dichte .....	kg/m <sup>3</sup>
$\tau, \tau_0$	Scherwiderstand .....	GPa
$\tau_{FK}$	Scherwiderstand der Festkörperkontakte .....	GPa
$\tau_{KK}$	Scherwiderstand der Kapillarkontakte .....	GPa
$\zeta_{el}$	spezifischer elektrischer Widerstand .....	$\Omega m$

### **Abkürzungen**

F-d-Kurve	Kraft-Abstands-Kurve
F-s-Kurve	Kraft-Weg-Kurve
HRAES	hochauflösende Augerelektronenspektroskopie
IEP	isoelektrischer Punkt
PID	Proportional-Integral-Differential
REM	Rasterelektronenmikroskop
r.F.	relative Luftfeuchte
RKM	Rasterkraftmikroskop
RT	Raumtemperatur
RTM	Rastertunnelmikroskop
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
vdW	van der Waals

### **Bezeichnung der zu den RKM-Messungen verwendeten Standardrasterparameter**

#### **2d-N50, 2d-N20, 2d-N10, 1d-N, 2d-N, 1d-P, 2d-P**

(siehe Tabelle 3.7 und Tabelle 3.8, Kapitel 3.2.5)

<b>1d</b>	eindimensionaler Rastermode (linienhafte Übergleitung)
<b>2d</b>	zweidimensionaler Rastermode (flächenhafte Übergleitung)
<b>N</b>	Messung im Normalmode
<b>P</b>	Messung im Parallelmode
<b>50, 20 bzw. 10</b>	Kantenlänge des quadratischen Rasterfeldes in $\mu\text{m}$

### **Proben- und Materialbezeichnungen**

$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	einkristallines Aluminiumoxid (Saphir)
$a\text{-SiO}_2$	amorphes Siliciumdioxid
A-Plane	Saphir mit Oberflächenorientierung parallel zur $(11\bar{2}0)$ - Ebene
C-Plane	Saphir mit Oberflächenorientierung parallel zur $(0001)$ - Ebene
R-Plane	Saphir mit Oberflächenorientierung parallel zur $(1\bar{1}02)$ - Ebene
Si	einkristallines Silicium

# 1. Einleitung

Die Entwicklungsgeschichte der Menschheit ist eng mit den alltäglichen Phänomenen der Reibung und des Verschleißes verknüpft. Angefangen von der Entfackung eines Feuers durch die beim Aneinanderreiben zweier Hölzer entwickelte Wärme, über die praktische Lösung von Gleitreibungsproblemen beim Transport von Steinquadern für den Bau der ägyptischen Pyramiden bis hin zum Einsatz modernster technischer Mikrosysteme stellen Reibungs- und Verschleißvorgänge eine Problematik dar, deren Erforschung sich die Tribologie als die *‘Wissenschaft und Technik von aufeinander einwirkenden Oberflächen in Relativbewegung’* zum Ziel gesetzt hat.

Nach heutiger Auffassung sind Reibung und Verschleiß als komplexe Vorgänge zu betrachten, deren Elementarprozesse stochastischer Natur sind und die als dissipative, nicht-lineare, dynamische Vorgänge in zeitlich und örtlich verteilten Mikrokontakten ablaufen. Die experimentelle Untersuchung und theoretische Modellierung tribologisch relevanter Wechselwirkungsmechanismen im Mikrobereich ist deshalb auch für das Verständnis der grundlegenden Reibungs- und Verschleißmechanismen in makroskopischen Systemen von Bedeutung. Einen weiteren Aspekt stellt die zunehmende Miniaturisierung technischer Systeme dar. Hierbei erfordert der Einsatz mikromechanischer Komponenten z.B. in magnetischen Datenspeichern oder bei mikroelektromechanischen Systemen (MEMS) neue Verfahren zur Charakterisierung tribologisch beanspruchter Oberflächen und der Reibung bis hinunter in den atomaren Bereich. Aus diesen Anforderungen heraus entwickelte sich in den zurückliegenden Jahren die Mikrotribologie als junges, eigenständiges Forschungsfeld. Neue oberflächensensitive Untersuchungsmethoden wie die Raster-Kraft-Mikroskopie bieten dabei die Möglichkeit, Informationen über elementare Reibungs- und Verschleißvorgänge im atomaren Maßstab bis hin zum Mikrometerbereich zu erhalten. In dieser Hinsicht zeigen aktuelle Ergebnisse mikrotribologischer Untersuchungen deutlich, daß die makroskopisch abgeleiteten Reibungsgesetze nicht zwangsläufig auf den atomaren Bereich übertragbar sind. Die Mikrotribologie bietet hierbei vielfältige Ansätze, den Abstand zwischen der theoretischen Betrachtung von Reibungsphänomenen und der anwendungsbezogenen ingenieurtechnischen Sicht zu verringern.

## 1.1 Tribologische Grundlagen

Mit der Einführung des Begriffes **Tribologie** (*Jost-Report, 1966* [1]), der als übergeordneter Begriff die Wissenschaft und Technik von aufeinander einwirkenden Oberflächen in Relativbewegung beinhaltet, wurde ein fachübergreifender Rahmen für das interdisziplinäre Zusammenwirken von Physik, Chemie, Werkstoffwissenschaften und anwendungsbezogenen Ingenieurdisziplinen geschaffen. Die Tribologie verbindet die Bearbeitung von Reibungs-, Verschleiß- und Schmierungsproblemen miteinander und schließt entsprechende Grenzwechselwirkungen sowohl zwischen Festkörpern als auch zwischen Festkörpern und Flüssigkeiten oder Gasen ein [2-5].

### 1.1.1 Grundbegriffe

Die elementare Struktur eines **tribologischen Systems** (Tribosystem) setzt sich aus den Komponenten Grund- und Gegenkörper, Zwischenstoff und Umgebungsmedium zusammen, zu deren funktionellen Aufgaben die Übertragung bzw. Umformung von Energie, Bewegung, Masse oder Information gehören. Die Struktur eines Tribosystems schließt weiterhin die Stoff- und Formeigenschaften der Elemente sowie die auftretenden Wechselwirkungen mit ein. Die von Störgrößen (z.B. Vibrationen, Temperatur- und Luftfeuchteschwankungen) überlagerten Eingangsgrößen bilden ein Beanspruchungskollektiv, das durch die Bewegungsart, den zeitlichen Bewegungsablauf sowie die technisch-physikalischen Beanspruchungsparameter Normalkraft, Geschwindigkeit, Temperatur und Beanspruchungsdauer charakterisiert wird. Durch die Einwirkung des Beanspruchungskollektivs werden die einzelnen Systemkomponenten unterschiedlichen tribologischen Beanspruchungen ausgesetzt, die im wesentlichen durch die Relativbewegung und die Wechselwirkungen der beteiligten Oberflächen unter dem Einfluß von Kräften gekennzeichnet sind und deren Wechselwirkungsparameter als dynamische Systemparameter angesehen werden. Bei der Umsetzung der Eingangs- in nutzbare Ausgangsgrößen treten zugleich reibungs- und verschleißbedingte Verlustgrößen auf, die sich in Form von Energie- und Materialverlusten bzw. in Oberflächenveränderungen an Grund- und Gegenkörper äußern. Die im Verlauf der tribologischen Beanspruchung stattfindenden dynamischen Änderungen an den Komponenten des Tribosystems können dessen Struktur und Eigenschaften erheblich beeinflussen [2-6].

**Reibung** ist eine Wechselwirkung zwischen sich berührenden Stoffbereichen von Körpern, die deren Relativbewegung verhindert (Haftreibung, statische Reibung) oder entgegen wirkt (Bewegungsreibung, dynamische Reibung). Bei äußerer Reibung sind die sich berührenden Stoffbereiche verschiedenen Körpern zugehörig. Der Widerstand gegen eine Relativbewegung von Volumenelementen innerhalb fester, flüssiger oder gasförmiger Körper wird als innere Reibung bezeichnet, für die der Begriff der Viskosität kennzeichnend ist [4, 7, 8]. In Abhängigkeit von der Art der Relativbewegung der Reibpartner ist nach [7] zwischen Gleit-, Roll-, Wälz-, Bohr- und Stoßreibung sowie deren Mischformen zu unterscheiden, die sowohl bei gleichförmiger als auch bei ungleichförmiger oder intermittierender Bewegung auftreten können [8]. Die Gleitreibung ist die Reibung zwischen Körpern, deren Geschwindigkeiten in den Berührungsflächen nach Betrag und/oder Richtung verschieden sind [7].

Anhand des Aggregatzustandes der beteiligten Stoffbereiche wird eine Einteilung des **Reibungszustandes** in Festkörper-, Flüssigkeits-, Gas- und Mischreibung vorgenommen [7]. Während bei Festkörperreibung ein unmittelbarer Kontakt ohne trennende Zwischenschicht zwischen Grund- und Gegenkörper vorliegt [9], werden diese bei einer Flüssigkeits- bzw. Gasreibung durch einen Flüssigkeits- bzw. Gasfilm vollständig voneinander getrennt. Mit dem Begriff der Mischreibung werden die Mischformen unterschiedlicher Reibungszustände (z.B. die Kombination aus Festkörper- und Flüssigkeitsreibung) gekennzeichnet [4, 7]. Die zur Charakterisierung der Reibung dienende, dimensionslose **Reibungszahl**  $\mu$  wird aus dem Verhältnis der parallel zur Kontaktfläche entgegengesetzt zur Bewegungsrichtung wirkenden Reibungskraft  $F_R$  und der senkrecht zur Kontaktfläche aufgebrachten Normalkraft  $F_N$  gebildet<sup>†</sup> [4, 7]. Gegebenenfalls kann zwischen der statischen Reibungskraft  $F_{R, \text{stat}}$  bzw. Reibungszahl  $\mu_{\text{stat}}$  im Fall der statischen Reibung ohne Relativbewegung und der dynamischen Reibungskraft  $F_{R, \text{dyn}}$  bzw. Reibungszahl  $\mu_{\text{dyn}}$  bei dynamischer Reibung mit Relativbewegung unterschieden werden [4]. Bei Festkörperreibung wird die Reibungskraft vor allem durch energiedissipierende Prozesse wie Adhäsion und Scheren von Haftverbindungen, Bildung neuer Oberflächen, plastische Deformation, Furchung sowie elastische Hysterese und Dämpfung bestimmt, die unter dem Begriff **Reibungsmechanismen** zusammengefaßt werden [4, 8].

**Verschleiß** wird nach [6] definiert als der fortschreitende Materialverlust aus der Oberfläche eines festen Körpers, hervorgerufen durch mechanische Ursachen, d.h. Kontakt und Relativbewegung eines festen, flüssigen oder gasförmigen Gegenkörpers. Er äußert sich im Auftreten von losgelösten kleinen Teilchen (Verschleißpartikel) sowie in Stoff- und Formänderungen der tribologisch beanspruchten Oberflächenschicht. Eine Klassifizierung der Verschleißarten erfolgt im wesentlichen nach der Kinematik und der Struktur des vorliegenden Tribosystems. Bei Festkörperreibung werden z.B. die Verschleißarten Gleit-, Roll-, Wälz-, Prall-, Schwingungs- oder Furchungverschleiß unterschieden. Die physikalischen und chemischen Wechselwirkungen zwischen den Elementen des Tribosystems werden anhand unterschiedlicher **Verschleißmechanismen** beschrieben. Als Hauptverschleißmechanismen sind nach [6] die folgenden Prozesse anzusehen:

- Adhäsion: Bildung und Trennung von atomaren Bindungen (lokale Kaltverschweißungen) zwischen Grund- und Gegenkörper,
- Abrasion: Materialabtrag infolge ritzender Beanspruchung der weicheren Oberfläche des Grundkörpers durch einen härteren Gegenkörper (z.B. Mikrorauheit, Verschleißpartikel),
- Tribochemische Reaktion: Chemische Wechselwirkung (z.B. Oxidation) zwischen Grund- und Gegenkörper, Zwischenstoff und/oder Umgebungsmedium infolge tribologischer Beanspruchung (Aktivierung),
- Oberflächenzerrüttung: Ermüdung und Rißbildung durch die tribologische Wechselbeanspruchung der Oberflächenbereiche von Grund- und Gegenkörper, die zu Materialtrennungen führen.

<sup>†</sup> Unter der Normalkraft  $F_N$  ist hierbei ausschließlich die extern aufgebrachte Komponente der Normalkraft zu verstehen. Zusätzliche Beiträge zur Normalkraft wie z.B. Adhäsionskräfte im Kontaktbereich finden keine Berücksichtigung. Zur Unterscheidung wird für die extern aufgebrachte Normalkraft im weiteren der Begriff **Auflagekraft**  $F_L$  verwendet.

Bei ein und derselben Verschleißart können die Verschleißmechanismen einzeln, neben- und/oder nacheinander auftreten. Die dadurch hervorgerufenen Veränderungen an den tribologisch beanspruchten Oberflächen sowie die Art und Form entstandener Verschleißpartikel werden durch verschiedenartige Verschleißerscheinungsformen charakterisiert [3, 6, 10, 11].

### 1.1.2 Makro- und Mikrotribologie

Die Aufgabe der Tribologie ist die Erforschung reibungsbedingter Energiedissipationen und verschleißbedingter Materialschädigungsprozesse. Unter dem Begriff **Makrotribologie** soll hier die Untersuchung tribologisch relevanter Wechselwirkungen bei der Reibung zwischen makroskopischen Körpern wie z.B. in ingenieur-technischen Systemen verstanden werden. Die Betrachtung der in einem makroskopischen Tribosystem ablaufenden Reibungs- und Verschleißprozesse kann dazu im Makro-, Mikro-, Nano- und atomaren Bereich erfolgen [12].

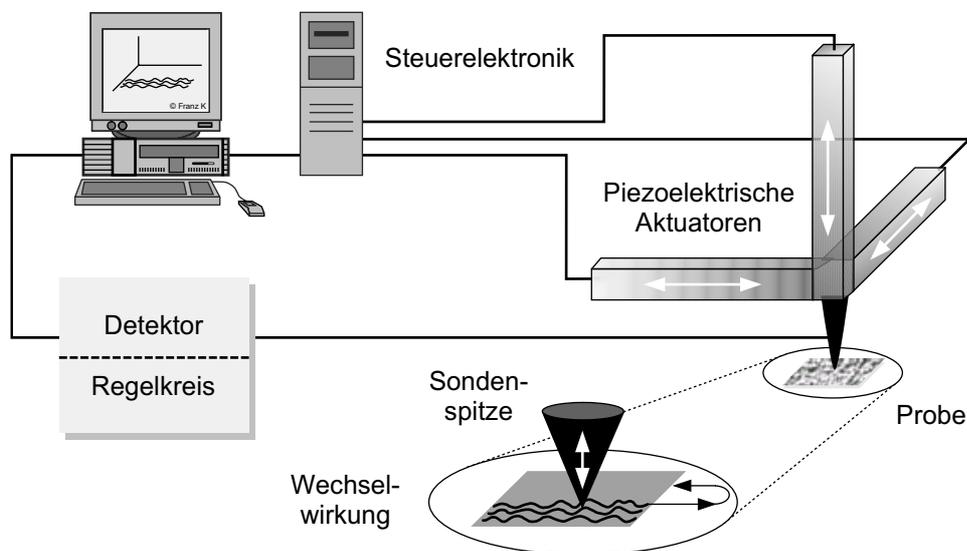
Die von *Amontons (1699)* und *Coulomb (1785)* zur Beschreibung der Festkörperreibung formulierten Reibungsgesetze, wonach u.a. die Reibungskraft  $F_R$  als proportional zur extern aufgebrachten Auflagekraft  $F_L$  und unabhängig von der geometrischen Kontaktfläche  $A_G$  angenommen wurde, besitzen aus heutiger Sicht keine oder nur noch eingeschränkte Gültigkeit. Basierend auf den von *Bowden* und *Tabor (1964)* entwickelten theoretischen Modellen wird vielmehr davon ausgegangen, daß bei Festkörperreibung eine Berührung der Oberflächen nur in diskreten Mikrokontakten stattfindet ('Multi Asperity Contact'). Diese Mikrokontakte ergeben sich aus der Struktur und Verteilung von Mikrorauheiten auf den am Kontakt beteiligten Oberflächen (Mikrogeometrie). Die reale Kontaktfläche  $A_R$  d.h., die Summe der Mikrokontaktflächen, ist i.a. deutlich kleiner als die geometrische Kontaktfläche zwischen den Reibpartnern. Des weiteren erhöht sich infolge plastisch-elastischer Deformationsprozesse oder verschleißbedingten Materialabtrags mit steigender Auflagekraft die Anzahl der Mikrokontakte und somit die reale Kontaktfläche. Durch die Berührung der Oberflächen in den Mikrokontaktbereichen können interatomare Wechselwirkungen zur Adhäsion bzw. zur Bildung von Mikroverschweißungen führen, die bei der Relativbewegung von Grund- und Gegenkörper plastisch verformt und abgeschert werden. Bei vernachlässigbarem Verschleiß ist die Reibungskraft dann gleich dem Produkt aus dem Scherwiderstand  $\tau$  innerhalb der Mikrokontaktbereiche und der realen Kontaktfläche. Die Festkörperreibung kann damit auch als additive Überlagerung der Beiträge aus den adhäsiven Wechselwirkungen und der plastischen Verformung beschrieben werden [3, 4, 8, 13].

Um die Reibungs- und Verschleißmechanismen bis in den atomaren Bereich hinab zu verstehen, ist es notwendig, vom makroskopischen Tribosystem zum tribologischen Mikrosystem überzugehen. In diesem Zusammenhang wurde mit Beginn der neunziger Jahre der Begriff der **Mikrotribologie** geprägt. Das Anliegen der Mikrotribologie ist die Untersuchung von Reibungsphänomenen im Mikro- und Nanometerbereich sowie auf atomarer Ebene. Hierfür wird oft auch der Ausdruck Nanotribologie verwendet [14-18]. Die Komponenten makroskopischer Tribosysteme sind durch eine große Masse und hohe wirksame Kräfte (i.a.  $\gg 1$  N) gekennzeichnet. Aus den daraus resultierenden tribologischen Beanspruchungsbedingungen gehen bei Festkörperkontakt Verschleißvorgänge hervor, die u.a. zu einer Zerstörung der im Kontakt befindlichen Oberflächen führen können.

Im Vergleich dazu zeichnen sich mikrotribologische Systeme durch eine geringe Masse von zumindest einem der beiden Reibpartner und durch niedrige Auflagekräfte ( $\ll 1\text{ N}$ ) aus [14]. Die tribologischen Vorgänge im Kontakt werden hierbei zunehmend von den physikalisch-chemischen Eigenschaften der Oberflächen in den ersten Atomlagen oder von Adsorbatschichten dominiert, die sich in ihren Eigenschaften grundlegend von denen des Grundmaterials unterscheiden können. Verschleißvorgänge treten dabei oft gar nicht oder nur in den obersten Atomlagen auf [18]. Die Übergänge von der Makro- zur Mikrotribologie bis hin zu atomaren Reibungsvorgängen sind fließend.

## 1.2 Rastersondenmikroskopie

Aufgrund der in mikrotribologischer Hinsicht primär durch Oberflächeneigenschaften wie z.B. Topographie, Adhäsions- und Grenzflächenenergie bestimmten Reibungs- und Verschleißmechanismen spielt deren meßtechnische Erfassung eine wesentliche Rolle bei der Bewertung mikrotribologischer Vorgänge. Als ein wichtiges Instrument zur Oberflächencharakterisierung hat sich dabei die **Rastersondenmikroskopie** (Scanning Probe Microscopy, SPM) etabliert. Ausgehend von dem 1982 durch *Binnig* und *Rohrer* vorgestellten Raster-Tunnel-Mikroskop [19], kurz RTM (Scanning Tunneling Microscope, STM), wurden weitere Geräte entwickelt [20-26], deren Grundprinzip schematisch im **Bild 1.1** dargestellt ist [20].



**Bild 1.1:** Schematischer Aufbau eines Rastersondenmikroskops.

Eine Sonden spitze wird einer Probenoberfläche bis auf Bruchteile eines Nanometers ange nähert. In Abhängigkeit vom Abstand und den Eigenschaften von Spitze und Probe kommt es dabei zu spezifischen Wechselwirkungen zwischen beiden. Da sich die Sonden spitze wesentlich näher an der Probenoberfläche befindet als die Wellenlänge der zu detektierenden Wechselwirkung (‘Nahfeld-Mikroskopie’), ist das mikroskopische Auflösungsvermögen hauptsächlich von der Größe des Wechselwirkungsbereiches bestimmt [20, 21]. Zur Bild-erzeugung wird die Sonden spitze rasterartig über die Probenoberfläche bewegt. Annäherung und Relativbewegung werden mit Hilfe piezoelektrischer Aktuatoren realisiert, die eine

räumliche Positionierung bis in den Subnanometerbereich ermöglichen. Gleichzeitig werden in jedem Rasterpunkt den auftretenden Wechselwirkungen adäquate Meßgrößen detektiert, die anschließend anhand der aufgezeichneten Daten durch ein Bildverarbeitungssystem in einer dreidimensionalen Abbildung dargestellt werden. Um die Wechselwirkungsgrößen konstant zu halten, können die Meßsignale auch als Eingangsgrößen eines Regelkreises genutzt werden. In diesem Fall erfolgt meist eine bildhafte Darstellung der Regelgrößen.

Eine der wichtigsten Entwicklungen unter den Rastersondenmikroskopieverfahren ist das Raster-Kraft-Mikroskop (RKM), daß als Weiterentwicklung des RTM 1986 von *Binnig, Quate* und *Gerber* [27] vorgestellt wurde. Die Raster-Kraft- oder Atom-Kraft-Mikroskopie<sup>†</sup> (‘Scanning Force Microscopy’, SFM; ‘Atomic Force Microscopy’, AFM) nutzt die verschiedenen Kraftwechselwirkungen zwischen den Atomen einer Sondenspitze und einer Probe als Wechselwirkungsgrößen. Wird die an einem als Hebelarm ausgelegten *weichen* Federbalken (dem sogenannten Cantilever) befestigte Spitze an die Probenoberfläche herangeführt, so führen die zwischen Spitze und Probe auftretenden Wechselwirkungskräfte zu einer abstandsabhängigen Auslenkung des Cantilevers. Diese wird mittels geeigneter Detektoren registriert und stellt die eigentliche Meßgröße dar. Eine elektrische Leitfähigkeit der Probe wird beim RKM, im Gegensatz zum RTM, nicht vorausgesetzt.

Aus dem Prinzip des RKM wurde u.a. die **Reibungskraftmikroskopie** (Friction Force Microscopy, FFM) [28-34] abgeleitet, die in Bezug auf die Untersuchung tribologischer Vorgänge eine Methodik zur Verfügung stellt, bei der vom makroskopischen Standpunkt aus gesehen, die Tastspitze ein Modell für eine Einzelrauheit im Gleitkontakt mit einer Probenoberfläche darstellt (‘Single Asperity Contact’). Durch diese Vereinfachung ist es u.a. möglich geworden, die im allgemeinen äußerst komplexen Reibungs- und Verschleißvorgänge hinsichtlich einzelner Wechselwirkungsmechanismen im Mikrobereich detailliert zu untersuchen. Neben dem Einsatz von Rastersondenmikroskopen zur topographischen Charakterisierung von Oberflächen werden, speziell mit dem RKM, Reibungs- und Adhäsionskräfte zwischen verschiedenen Materialien und bei unterschiedlichen Umgebungsbedingungen untersucht. Typische Auflagekräfte liegen im nN- und  $\mu$ N-Bereich. Die Größe der Kontaktflächen beträgt dabei nur einige Quadratnanometer. Weiterhin gewinnt die Messung mikromechanischer Eigenschaften sowie der Vergleich experimentell gewonnener Daten mit theoretischen Modellen anhand molekular-dynamischer Simulationen von Reibungs- und Kontaktkräften sowie plastischer und elastischer Deformationsprozesse an metallischen und keramischen Oberflächen zunehmend an Bedeutung. Von besonderem Interesse ist auch die Untersuchung einzelatomarer Wechselwirkungen und damit zusammenhängender Reibungsphänomene, die ebenfalls mit dieser Technik realisierbar ist. Zur Darstellung von Ergebnissen mikrotribologischer Untersuchungen mit dem RKM und verwandten Methoden wird an dieser Stelle auf eine Auswahl von Einzelbeiträgen [33, 35-48] bzw. Übersichtsartikel [18, 49-55] verwiesen.

---

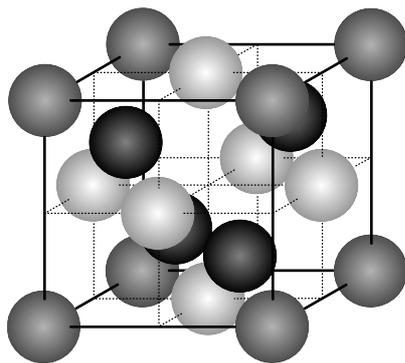
<sup>†</sup> Bei den auftretenden Kräften handelt es sich nicht zwangsläufig um atomar lokalisierte Kräfte. Deshalb ist die allgemeinere Formulierung Rasterkraftmikroskopie (RKM) bzw. Scanning Force Microscopy (SFM) der Bezeichnung Atom-Kraft-Mikroskopie bzw. Atomic Force Microscopy (AFM), die von Binnig et al. geprägt wurde, vorzuziehen.

## 1.3 Materialspezifische Grundlagen

### 1.3.1 Silicium und Siliciumoberflächen

Silicium ist mit 28 % nach Sauerstoff das häufigste Element auf der Erde. Es tritt gebunden in Form von Quarz ( $\text{SiO}_2$ ) und einer Vielzahl von Silicaten auf. Seine Verbindungen finden auf allen industriellen Gebieten Verwendung. Technisch wird elementares Silicium aus  $\text{SiO}_2$  z.B. aluminothermisch durch Umsetzung mit Aluminium oder durch thermisch aktivierte Reduktion mit Kohle gewonnen. Mit Hilfe von Tiegel- oder Zonenziehverfahren werden daraus hochreine Siliciumeinkristalle hergestellt, die u.a. in der Mikroelektronik und in der Mikrosystemtechnik Anwendung finden [56-62].

Silicium ist ein Halbmetall, das in reiner, kristalliner Form ( $\alpha$ -Si) metallisch glänzende, dunkelgraue, spröde, harte, reguläre Oktaederkristalle ausbildet. Es kristallisiert im kubischen Kristallsystem in Diamantstruktur. Dieses besteht aus zwei kubisch flächenzentrierten Gittern, welche um ein Viertel der Raumdiagonalen gegeneinander verschoben sind, so daß jedes Si-Atom tetraedrisch von vier weiteren Si-Atomen umgeben ist (**Bild 1.2**). Eine instabile hexagonale Modifikation ist ebenfalls bekannt [63, 64].



Silicium

Raumgruppe:	Fd3m (227)
Gitterkonstante:	$a = 0,540 \text{ nm}$
Atomradius:	$0,132 \text{ nm}$
Bindungsabstand:	Si-Si $0,177 \text{ nm}$

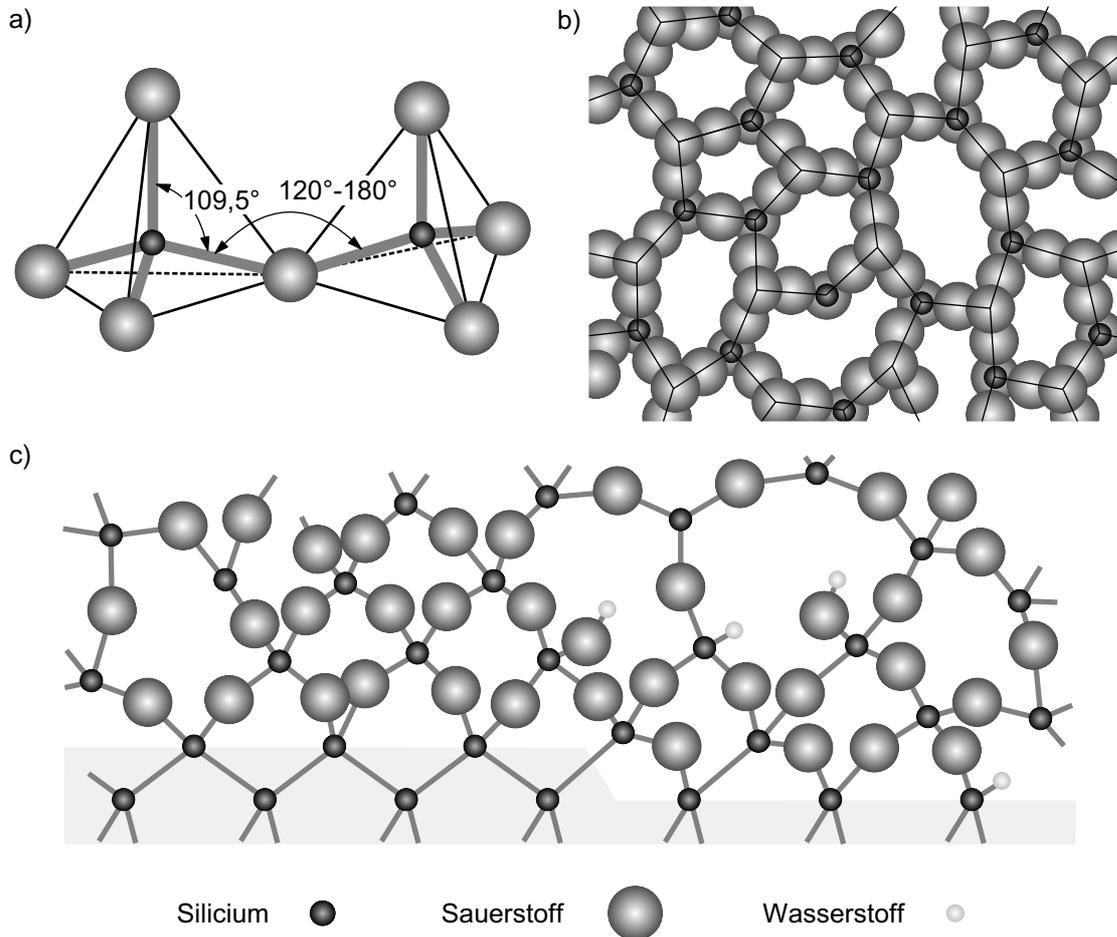
**Bild 1.2:** Diamantstruktur des Silicium im kubischen Gitter (nach [63]). Die unterschiedliche Einfärbung der Atome kennzeichnet jeweils äquivalente Gitterplätze.

Der Schmelzpunkt von Silicium liegt bei  $1410^\circ\text{C}$ , die Dichte beträgt  $2,33 \text{ g/cm}^3$  [64]. Der E-Modul von Silicium wird mit 130 bis 190 GPa angegeben [58] und ist hinsichtlich der kristallographischen Orientierung anisotrop [65]. Elektrisch ist Silicium ein Eigenhalbleiter, dessen Eigenschaften durch den Einbau von Dotierungselementen (wie z.B. P oder B) in das Kristallgitter beeinflusst werden können [66].

Kristallines Silicium ist chemisch sehr reaktionsträge und in Wasser praktisch unlöslich. Verdünnte Säuren, einschließlich Flußsäure, reagieren nicht mit Silicium. Heiße, konzentrierte, oxidierend wirkende Säuren greifen Silicium dagegen an [57]. In verdünnten Alkalilösungen wird Silicium zu Silicaten gelöst [64].

An Siliciumoberflächen bildet sich bereits bei Raumtemperatur unter Einwirkung von Sauerstoff eine thermodynamisch stabile, passivierende amorphe **Siliciumdioxid**-Schicht ( $\alpha$ - $\text{SiO}_2$ ), sog. 'native oxide', mit einer Dicke von ca. 1-2,5 nm [67, 68]. Die strukturbestimmenden Bausteine des  $\alpha$ - $\text{SiO}_2$  sind  $\text{SiO}_4$ -Tetraeder, die ein über Sauerstoffbrückenbindungen ver-

knüpftes, unregelmäßiges, räumliches Netzwerk von Siliciumatomen (‘Continuous Random Network’, Zachariasen, 1933) bilden (**Bild 1.3**). Die Verknüpfung der  $\text{SiO}_4$ -Tetraeder erfolgt über die Tetraeder-Ecken, so daß sich für das Netzwerk eine stöchiometrische Zusammensetzung von  $\text{SiO}_2$  ergibt.



**Bild 1.3:** Aufbau und Struktur von amorphem Siliciumdioxid ( $a\text{-SiO}_2$ ):

- Variation des (Si-O-Si)-Bindungswinkels zwischen den  $\text{SiO}_4$ -Tetraedern,
- Kugelmodell einer  $a\text{-SiO}_2$ -Netzwerkebene,
- Schematische Darstellung verschiedener Bindungsverhältnisse und Defekte an einer  $\text{Si}(100)/\text{SiO}_2$ -Grenzfläche (nach [67]).

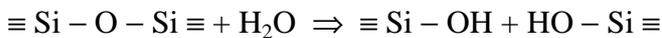
Die Si-O-Bindungen der Tetraeder weisen gleichzeitig kovalenten und ionischen Charakter auf (gemischter Bindungszustand) [69]. Der Bindungswinkel innerhalb der  $\text{SiO}_4$ -Tetraeder beträgt  $109,5^\circ$ , der Winkel zwischen den Sauerstoffbrückenbindungen variiert zwischen  $120^\circ$  und  $180^\circ$  und liegt im Mittel bei  $144^\circ$  (Bild 1.3a). Wie im Bild 1.3b schematisch dargestellt, bilden lokal jeweils 3 bis 8 Tetraeder planare oder gefaltete Ringstrukturen, wobei jeder einzelne Tetraeder wiederum als Strukturkomponente an vier unterschiedlichen Ringen beteiligt ist [67, 70]. Innerhalb der  $a\text{-SiO}_2$ -Struktur werden eine Reihe von Defekten wie z.B. freie Sauerstoffbindungen beobachtet. In Verbindung mit Wassermolekülen werden weiterhin Si-OH-Gruppen (Silanol) und Si-H-Bindungen festgestellt, die maßgeblichen Einfluß auf die Struktureigenschaften haben (Bild 1.3c) [67]. Die Anbindung der  $\text{SiO}_2$ -Schicht an die Siliciumoberfläche erfolgt durch ein- bis dreiwertiges Silicium, was zu einer nicht-stöchiometri-

schen Zusammensetzung an der Si/SiO<sub>2</sub>-Grenzfläche innerhalb der ersten zwei Monolagen des Siliciumdioxids in Form von Si<sub>4-x</sub>O<sub>x</sub> bzw. SiO<sub>x</sub> führen kann [67, 71].

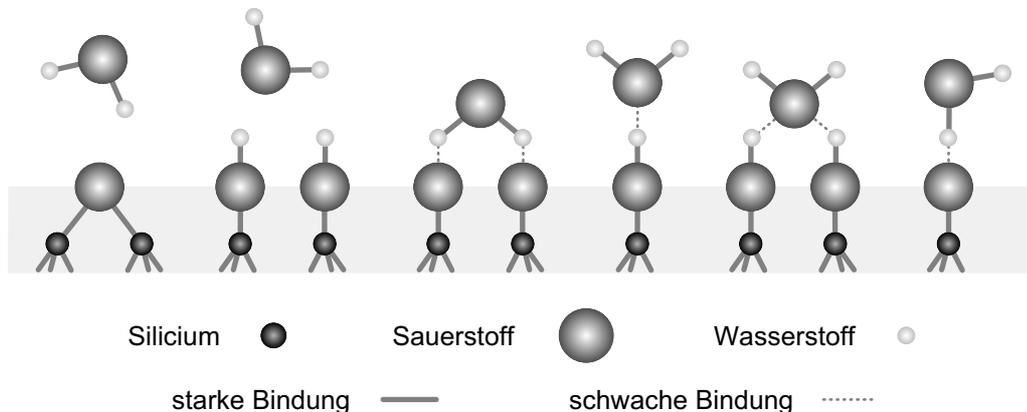
Die Bildung einer SiO<sub>2</sub>-Schicht auf Silicium wird in sauerstoffhaltiger Atmosphäre bei höheren Temperaturen durch thermische Oxidation unterstützt. Dabei wird eine mit der Zeit exponentiell abnehmende Wachstumsrate beobachtet. Die Anreicherung der Atmosphäre mit Wasserdampf (Feuchtoxidation) führt zu einer deutlich höheren Oxidationsrate, wobei die Anzahl der Defekte aufgrund einer vermehrten Bildung von Si-OH-Gruppen zunimmt und die Dichte der SiO<sub>2</sub>-Schicht durch eine Aufweitung des Netzwerks herabgesetzt wird [58, 72, 73]. Die theoretische Dichte von *a*-SiO<sub>2</sub>-Schichten wird oberhalb einer Schichtdicke von ca. 3 nm mit 2,2 g/cm<sup>3</sup> angegeben. Unterhalb von 3 nm sind in Abhängigkeit vom Abstand zur Si/SiO<sub>2</sub>-Grenzfläche höhere Dichten mit bis zu 3,9 g/cm<sup>3</sup> zu beobachten, die auf eine Variation der Netzwerkstruktur in Grenzflächennähe zurückgeführt werden [67, 74].

Der E-Modul von Siliciumdioxid wird mit 70-73 GPa angegeben [59]. *a*-SiO<sub>2</sub>-Schichten von einigen Mikrometern Dicke, die durch thermische Oxidation hergestellt wurden, wiesen einen E-Modul von 57 GPa (nach Trockenoxidation) bzw. 67 GPa (nach Feuchtoxidation) auf [59]. Inwieweit diese Angaben auf das 'native oxide' übertragbar sind, ist nicht bekannt.

Chemisch betrachtet ist Siliciumdioxid vor allem in kristallisiertem Zustand sehr reaktionsträge und in Wasser und Säuren nahezu unlöslich, wird jedoch von Flußsäure (HF) unter Bildung von SiF<sub>4</sub> angegriffen. Amorphes SiO<sub>2</sub> ist reaktionsfähiger und löst sich in wäßrigen alkalischen Lösungen [64]. Unter Normalbedingungen neigen Siliciumdioxidoberflächen zur Adsorption von Wasser aus der Umgebungsatmosphäre. Durch das adsorbierte Wasser können einzelne Siloxanbindungen des Si-O-Netzwerks gemäß



aufgebrochen und zwei Silanolgruppen gebildet werden (Hydroxylierung) [57, 69, 75, 76]. Da die Hydroxylierung aus Platzgründen nicht vollständig stattfindet, ist davon auszugehen, daß neben den chemisorbierten OH-Gruppen noch Siloxangruppen an der SiO<sub>2</sub>-Oberfläche vorhanden sind (**Bild 1.4**) [75-78].



**Bild 1.4:** Oberflächengruppen an Siliciumdioxid in Verbindung mit Wasser (nach [75-78]).

Die Packungsdichte der OH-Gruppen ist vom Verteilungszustand des SiO<sub>2</sub> abhängig. Für amorphes SiO<sub>2</sub> mit einer Dichte von 2,2 g/cm<sup>3</sup> wird eine Oberflächenbedeckung von ca. 5 OH-Gruppen/nm<sup>2</sup> abgeschätzt. Kristallines SiO<sub>2</sub> kann mit bis zu 10 OH-Gruppen/nm<sup>2</sup>

bedeckt sein [77]. Aufgrund der vorhandenen Silanolgruppen reagieren  $\text{SiO}_2$ -Oberflächen schwach sauer [57, 77]. Eine weitere physische Adsorption von Wassermolekülen aus der Umgebungsatmosphäre erfolgt primär über Wasserstoffbrückenbindungen an den hydrophilen OH-Gruppen und ist von der thermischen Vorbehandlung abhängig. Zur vollständigen Entfernung physisorbierten Wassers von einer  $\text{SiO}_2$ -Oberfläche werden Temperaturen von 400-450°C benötigt. Die vollständige Desorption fest gebundener OH-Gruppen findet bei Temperaturen über 800°C statt [77, 78].

Nach [79] ist das Benetzungsverhalten von Wasser im Kontakt mit dem auf dem Silicium befindlichen Siliciumdioxid von der Dicke der Oxidschicht abhängig. Für Schichtdicken  $> 4$  nm wird der Benetzungswinkel mit ca.  $0^\circ$  angegeben. Nach Abtrag der  $\text{SiO}_2$ -Schicht auf Schichtdicken von  $< 4$  nm zeigt sich eine mit abnehmender Oxiddicke nichtlineare Zunahme des Benetzungswinkels, die die Änderung des Oberflächencharakters von hydrophil hin zu hydrophob widerspiegelt. Bei vollständiger Entfernung des  $\text{SiO}_2$  erweist sich die oxidfreie, reine Siliciumoberfläche als hydrophob. Der Benetzungswinkel im Kontakt mit Wasser liegt in diesem Fall bei fast  $90^\circ$ . Als ursächlich für dieses Verhalten werden nach [79] eine nicht-stöchiometrische Zusammensetzung und Änderungen in der atomaren Struktur des Siliciumdioxids in den ersten Atomlagen sowie Unterschiede in der Konfiguration der oberflächen-nahen Sauerstoffatome jeweils in Abhängigkeit von der Oxidschichtdicke angesehen.

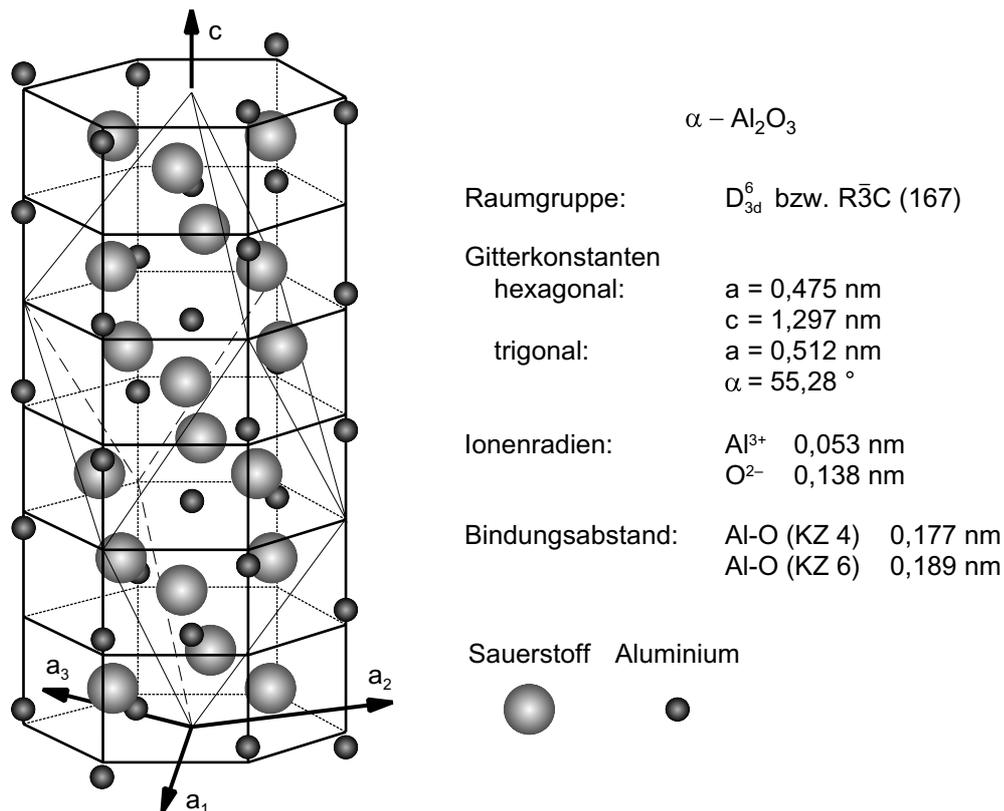
### 1.3.2 Aluminiumoxid und Aluminiumoxidoberflächen

Aluminiumoxid hat in reiner Form und als Komponente keramischer Werkstoffe ein breites Anwendungsspektrum. Dazu zählen sein Gebrauch als hochtemperatur- und korrosionsbeständiges Material im Maschinen- und Anlagenbau und in der chemischen Industrie sowie seine Nutzung als Isolations- und Substratmaterial in der Elektrotechnik und Elektronik. Bei medizinischen Implantaten und in der Optik ist sein Einsatz ebenfalls von Bedeutung [80-82].

Als Ausgangsmaterial für die industrielle Erzeugung von Aluminiumoxid dient fast ausschließlich mineralischer Bauxit, der im Bayer-Prozeß aufgeschlossen und durch anschließende Calcinierung zu  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  überführt wird [80, 81].  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  ist im System Al-O die einzige, bei allen Temperaturen thermodynamisch stabile Phase. Das als Mineral natürlich vorkommende  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  ist im allgemeinen Sprachgebrauch als Korund bekannt. Natürliche und synthetisch, z.B. nach dem Verneuil-Verfahren [64] hergestellte  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Einkristalle werden auch als Saphir (farblos oder blau) bzw. Rubin (rot) bezeichnet, wobei die Farbgebung auf eine Dotierung mit Ti-, Fe-, V- oder Cr-Ionen oder auf Kristallgitterfehler zurückzuführen ist [64, 80]. Daneben sind eine Reihe weiterer, jedoch instabiler  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Formen bekannt, die sich je nach Temperatur und Ausgangsmaterial beim Entwässern (Dehydratation) von Aluminiumhydroxiden bilden. Die Modifikationen unterscheiden sich in der Packung der Sauerstoffatome, in der Art der Besetzung der Gitterlücken und in ihrer Fehlordnung. Die bekannteste Modifikation ist das  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ , das durch ein kubisches, tetragonal verzerrtes Spinellgitter gekennzeichnet ist. Allen Modifikationen des  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ist gemeinsam, daß sie beim Erhitzen, teils über Zwischenstufen, bei 1200°C in  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  übergehen [80, 83].

$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  kristallisiert im trigonalen System in einer hexagonal-rhomboedrischen Gitterstruktur (**Bild 1.5**). Die rhomboedrische bzw. trigonale Einheitszelle enthält 4 Al- und 6 O-Atome. Im

hexagonalen System setzt sich die Einheitszelle aus je 12 Al- und 18 O-Atomen zusammen. Dabei bilden die Sauerstoffanionen in der hexagonal dichtesten Packung O-Ebenen mit der Stapelfolge ABAB senkrecht zur c-Achse. Die Oktaederplätze des Kristallgitters werden zu zwei Drittel von den Aluminiumkationen besetzt, was zu einer Tetraederverzerrung im Kristallgitter führt. Aufgrund der ungleichen Besetzung der Oktaederplätze werden drei Al-Ebenen (a, b, c) unterschieden. Die vollständige Stapelfolge der O- und Al-Ebenen im Kristallgitter wird mit A-a-B-b-A-c-B-a-A-b-B-c-A beschrieben [82, 84]. Aus der Elektronegativitätsdifferenz der Gitterionen ergibt sich ein Ionenbindungsanteil von 45-50 % [80].

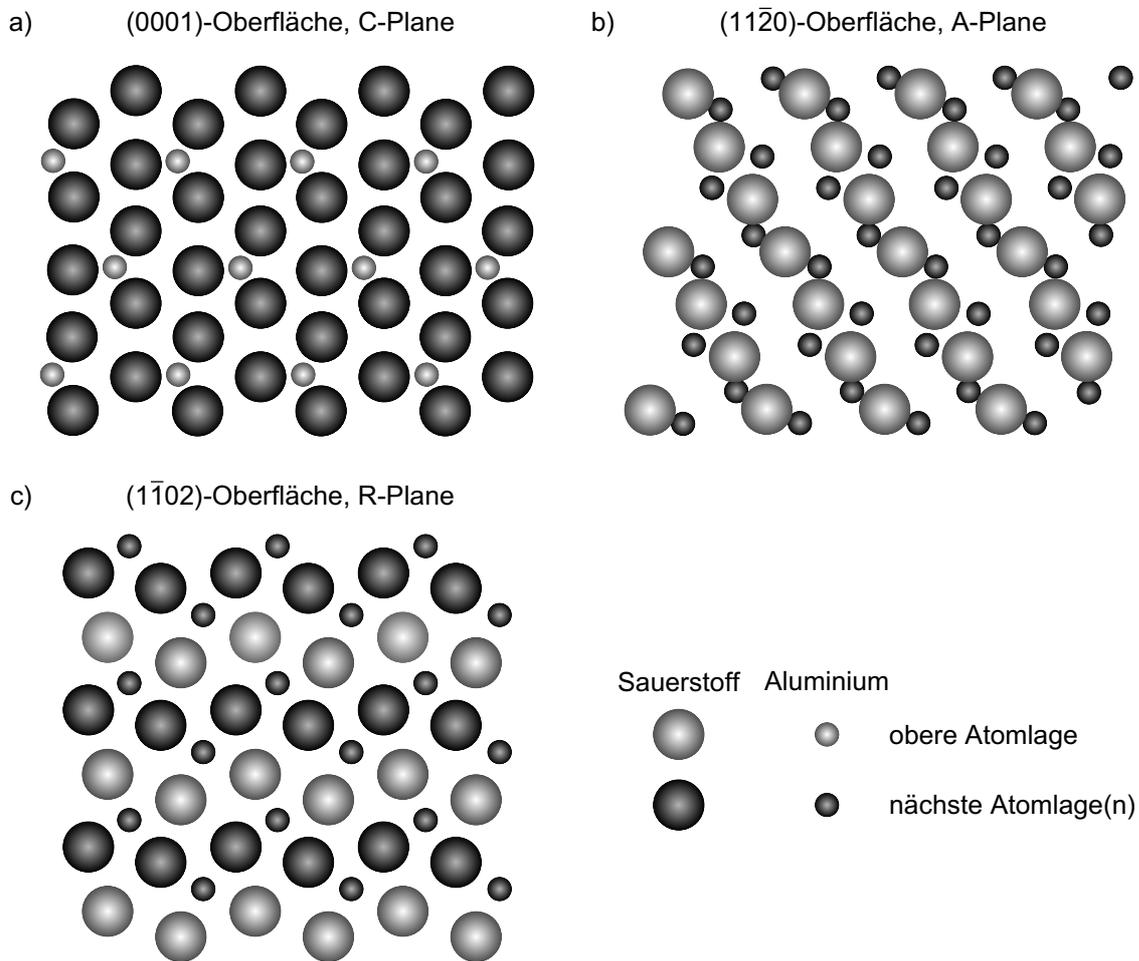


**Bild 1.5:** Hexagonal-rhomboedrische Gitterstruktur des  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (nach [84-86]).  
Eingezeichnet ist ebenfalls der Umriß der trigonalen Einheitszelle.

Elektrisch ist Aluminiumoxid ein Isolator und zeichnet sich durch eine hohe thermische Beständigkeit aus. Der Schmelzpunkt von  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  liegt bei ca.  $2050^\circ\text{C}$ , die theoretische Dichte zwischen  $3,98\text{-}4,02 \text{ g/cm}^3$  [80, 83, 85]. Für den E-Modul von Saphir, der bzgl. der kristallographischen Orientierung anisotrop ist [80, 83], werden Werte zwischen 350 und 460 GPa angegeben [82, 85].

Die Oberflächenenergie von  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  ist von der Gitterebene abhängig. Für Oberflächen parallel zu den kristallographischen Ebenen (0001),  $(11\bar{2}0)$  und  $(10\bar{1}2)$ , die auch mit C-, A- bzw. R-Plane bezeichnet werden, nimmt die Energie in der Reihenfolge C-, A-, R-Plane ab. An der (0001)-Oberfläche befinden sich Aluminiumionen in der obersten Lage, die ein Drittel der Gitterplätze zwischen den Ionen der darauf folgenden Sauerstoffebene besetzen. Bei den anderen beiden Oberflächen wird die oberste Lage von Sauerstoffionen gebildet. Im **Bild 1.6** sind die theoretisch ermittelten Atomanordnungen von Spaltflächen an den kristallographischen Oberflächen (0001),  $(11\bar{2}0)$  und  $(1\bar{1}02)$  schematisch dargestellt. Die Konfigurationen

der Kristallionen entsprechen dabei dem Zustand niedrigster Oberflächenenergie. Eine thermische Aktivierung führt jeweils zu Abstandsänderungen zwischen den Gitterebenen (Relaxation) und zur geometrischen Umordnung der oberflächennahen Atome (Oberflächenrekonstruktion) und hat eine Reduzierung der Oberflächenenergie zur Folge [66, 87-91].

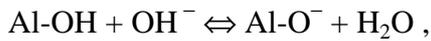


**Bild 1.6:** Atomare Struktur von  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Oberflächen für die kristallographischen Oberflächenorientierungen a) (0001), b) (11 $\bar{2}$ 0) und c) (1 $\bar{1}$ 02) (nach [87]).

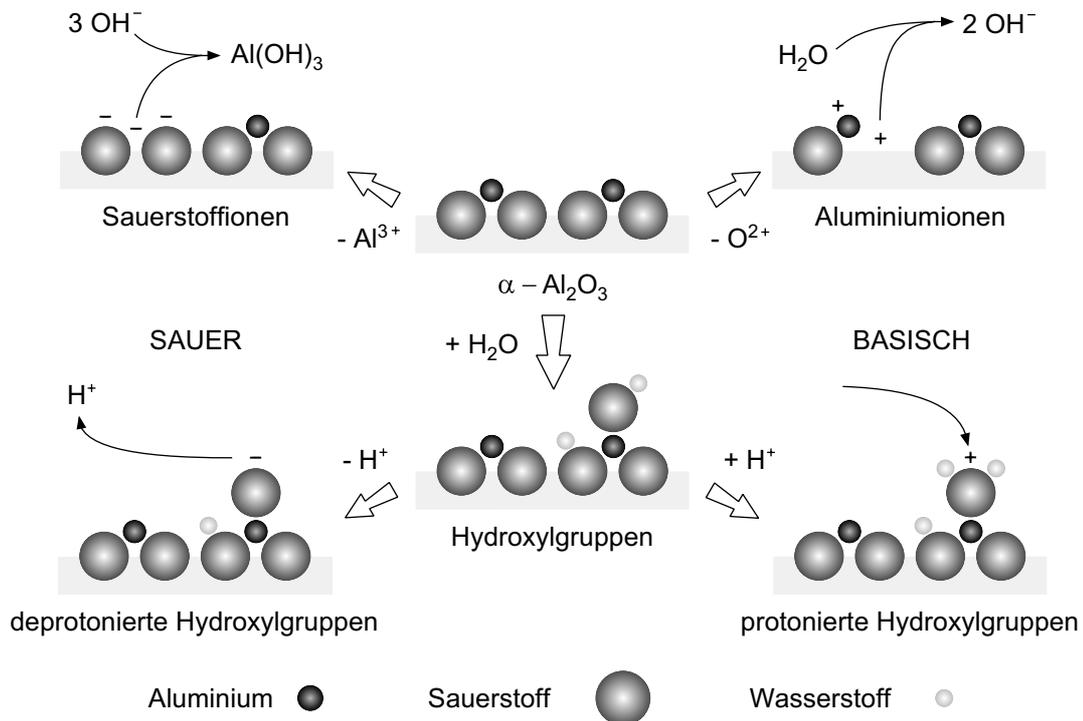
Chemisch ist  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  sehr reaktionsträge und gegenüber Säuren und Basen unempfindlich. Die Löslichkeit in Wasser liegt bei weniger als  $10^{-7}$ - $10^{-6}$  mol/l [56, 63, 64, 80]. Unter Normalbedingungen werden an  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Oberflächen insbesondere bei Pulvern Wassermoleküle adsorbiert (Hydratation) bzw. durch Dissoziation des adsorbierten  $\text{H}_2\text{O}$  als OH-Ionen chemisorbiert (Hydroxylierung). Reines, ungestörtes  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  zeigt dabei keine oder nur geringe Neigung zur Hydratation, wogegen sich  $\gamma$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  sehr leicht hydratisieren lässt [56, 80, 75, 77]. Eine vollständige Hydratation findet meist nicht statt, kann aber durch gleichzeitige mechanische Aktivierung oder unter Druck beobachtet werden [80]. Zur Entfernung von chemisorbierten OH-Ionen sind Temperaturen von bis zu  $1200^\circ\text{C}$  erforderlich. Für die Physisorption von Wasser aus der Umgebungsatmosphäre kommen als hydrophile Gitterstellen die OH-Gruppen, die Sauerstoffionen (*Lewis*-Basezentren) und die Aluminiumionen (*Lewis*-Säurezentren) in Betracht, wobei die Anlagerung primär an den OH-Gruppen der Oberfläche erfolgt. Die möglichen Formen der OH- und  $\text{H}_2\text{O}$ -Anbindung an eine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Oberfläche ist den Bindungsverhältnissen am  $\text{SiO}_2$  (vgl. Bild 1.4) vergleichbar [92, 93]. Die Wasser-

adsorption nimmt mit der relativen Luftfeuchte zu und ist bei  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  im Vergleich zu anderen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Modifikationen am geringsten. Zur vollständigen Dehydrierung von physisorbiertem Wasser werden Temperaturen  $> 350^\circ\text{C}$  benötigt [75, 80].

Aluminiumoxidoberflächen weisen in Lösungen amphoterer Charakter auf und zeigen in Abhängigkeit vom pH-Wert sowohl mit Säuren als auch mit Basen Protolysereaktionen:



die an den Oxidoberflächen positive in sauren bzw. negative Ladungen in basischen Lösungen zur Folge haben (**Bild 1.7**) [56, 57, 85, 94].



**Bild 1.7:** Schematische Darstellung der Oberflächenreaktionen von  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  in wässrigen Lösungen (nach [94]).

### 1.3.3 Untersuchungen zur Reibung

Die aus der Fachliteratur getroffene Auswahl von Untersuchungsergebnissen zur Reibung von Silicium, Siliciumdioxid und Aluminiumoxid erfolgte unter der Maßgabe, daß der Beitrag zur Reibung durch mechanische Einflüsse als weitgehend vernachlässigbar angesehen werden kann und primär adhäsive Komponenten bestimmend waren. Dies ist bei sehr glatten Oberflächen ( $R_a$  im Nanometerbereich) und kleinen Auflagekräften zu erwarten. Es wurde deshalb eine willkürliche obere Grenze für die extern aufgebrachte Normal- bzw. Auflagekraft von 1 N festgelegt. Unter der im Zusammenhang mit rasterkraftmikroskopischen Untersuchungen (RKM-Messungen) angegebenen Auflagekraft  $F_L$  ist die extern durch den Cantilever aufgebrachte Komponente der Normalkraft senkrecht zur Probenaufgabe zu verstehen.

## Silicium und Siliciumdioxid

Untersuchungen zur statischen Reibung von Silicium- und Siliciumdioxidoberflächen bei einer Auflagekraft von 0,5  $\mu\text{N}$  bis 0,75 N in gleichartiger und gemischter Paarung sowie unter kontrollierter Variation der Umgebungsatmosphäre wurden in [95] vorgestellt. Für die am Meßsystem Platte/Platte durchgeführten Versuche wurden als Grundkörper Scheiben von ca. 50 mm Durchmesser und als Gegenkörper Platten mit einer Kontaktfläche von jeweils 1 mm x 1 mm Größe eingesetzt. Die im Meßsystem Stift/Platte verwendeten Stifte wiesen einen Radius von 3 mm auf. Auszugsweise sind die ermittelten statischen Reibungszahlen  $\mu_{\text{stat}}$  in **Tabelle 1.1** dargestellt.

Paarung	Vorbehandlung	Umgebungsbedingungen	Meßsystem	Auflagekraft	$\mu_{\text{stat}}$
SiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	-	Luft, Normaldruck	Platte/Platte	0,5-4,0 $\mu\text{N}$	0,54
SiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	200°C/20 min	Luft, Normaldruck	Platte/Platte	0,5-4,0 $\mu\text{N}$	0,21
SiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	200°C/20 min	Luft, 1,3x10 <sup>-3</sup> Pa	Platte/Platte	0,5-4,0 $\mu\text{N}$	0,36
SiO <sub>2</sub> /Si	-	Luft, Normaldruck	Platte/Platte	0,5-4,0 $\mu\text{N}$	0,48
SiO <sub>2</sub> /Si	200°C/20 min	Luft, Normaldruck	Platte/Platte	0,5-4,0 $\mu\text{N}$	0,31
SiO <sub>2</sub> /Si	200°C/20 min	Luft, 1,3x10 <sup>-3</sup> Pa	Platte/Platte	0,5-4,0 $\mu\text{N}$	0,33
SiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	-	Luft, Normaldruck	Stift/Platte	10-750 mN	0,43
SiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	200°C/20 min	UHV, 6,7x10 <sup>-8</sup> Pa	Stift/Platte	10-750 mN	0,20
SiO <sub>2</sub> /Si	-	Luft, Normaldruck	Stift/Platte	10-750 mN	0,55
SiO <sub>2</sub> /Si	200°C/20 min	UHV, 6,7x10 <sup>-8</sup> Pa	Stift/Platte	10-750 mN	0,39
SiO <sub>2</sub> /Si	200°C/20 min	N <sub>2</sub> , < 10 <sup>-4</sup> Pa	Stift/Platte	10-750 mN	0,20
SiO <sub>2</sub> /Si	200°C/20 min	O <sub>2</sub> , < 10 <sup>-5</sup> Pa	Stift/Platte	10-750 mN	0,55
SiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	200°C/20 min	Ar, < 10 <sup>-4</sup> Pa	Stift/Platte	10-750 mN	0,20
SiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	200°C/20 min	N <sub>2</sub> , < 10 <sup>-4</sup> Pa	Stift/Platte	10-750 mN	0,15
SiO <sub>2</sub> /SiO <sub>2</sub>	200°C/20 min	O <sub>2</sub> , < 10 <sup>-5</sup> Pa	Stift/Platte	10-750 mN	0,75

**Tabelle 1.1:** Statische Reibungszahl  $\mu_{\text{stat}}$  zwischen SiO<sub>2</sub> und SiO<sub>2</sub> bzw. SiO<sub>2</sub> und Si bei unterschiedlichen Umgebungsbedingungen und Auflagekräften (nach [95]).

Aufschlußreich waren besonders die Unterschiede in den Reibungszahlen zwischen unbehandelten und den durch eine Wärmebehandlung (20 min bei 200°C) vorbehandelten Proben. An Luft wurde die beobachtete Abnahme der Reibungszahl nach erfolgter Wärmebehandlung auf die Reduzierung des aus der feuchten Luft an den Oberflächen adsorbierten Wassers zurückgeführt. Eine vergleichbare Abnahme der Reibungszahl ist auch nach Evakuierung der Probenkammer gemessen worden. Die Exposition mit Ar-Gas hatte keinen Einfluß auf die Reibung. Bei N<sub>2</sub>-Exposition wurde eine Verringerung der Reibungszahl festgestellt. Die Zugabe von Sauerstoff führte zu einem Anstieg der Reibungszahl, wobei zwischen SiO<sub>2</sub> und SiO<sub>2</sub> die Zunahme stärker war als zwischen Si und SiO<sub>2</sub>. Als Ursache dafür gaben die Autoren eine stärkere Bindung zwischen den Oxidoberflächen im Vergleich zur Bindung zwischen Si und SiO<sub>2</sub> im Kontakt an.

In [96] wurde mit Hilfe eines Zentrifugaltribometers eine statische Reibungszahl zwischen zwei Si(100)-Plättchen ( $R_a \approx 1$  nm) von  $\mu_{\text{stat}} = 0,09$  ermittelt. Die geometrische Kontaktfläche wurde mit  $1 \text{ cm}^2$  angegeben. Die Messungen erfolgten unter Laboratmosphäre bei 30% r.F. und einer Auflagekraft von 0,69 mN.

In [97] werden Messungen zur einsinnigen Gleitreibung zwischen ein- und polykristallinen Si-Oberflächen sowie zwischen  $\text{SiO}_2$ -Oberflächen vorgestellt, die unter Laboratmosphäre mit einem Stift/Scheibe-Tribometer durchgeführt wurden. Die Scheiben ( $\varnothing 75$  mm) wiesen im Ausgangszustand eine Rauheit von  $R_a \approx 2$  nm auf, der Kontaktradius der verwendeten Stifte wurde mit 100  $\mu\text{m}$  angegeben. Die Versuche wurden mit Gleitgeschwindigkeiten von 0,4 bis 0,7 m/s durchgeführt. Eine Auswahl der ermittelten dynamischen Reibungszahlen  $\mu_{\text{dyn}}$  zeigt **Tabelle 1.2**. Dabei wurde zwischen der Reibungszahl zu Versuchsbeginn  $\mu_{\text{dyn, initial}}$ , dem darauf folgenden Bereich maximaler Reibung ( $\mu_{\text{dyn, maximal}}$ ) und der Reibungszahl im stationären Zustand  $\mu_{\text{dyn, stationär}}$  unterschieden. Eine Abhängigkeit der Reibung von der kristallographischen Orientierung der Si-Oberflächen konnte nicht festgestellt werden [97]. Weiterhin ist in Tabelle 1.2 der in [98] an einem Mikromotor aus Silicium ermittelte Reibungsbereich angeführt, der in [97] zu Vergleichszwecken herangezogen wurde. Dabei wiesen die Autoren auf die gute Korrespondenz dieser Werte mit den festgestellten dynamischen Reibungszahlen aus dem stationären Bereich ihrer eigenen Untersuchungen hin.

Paarung	Meßsystem	Auflagekraft	$\mu_{\text{dyn, initial}}$	$\mu_{\text{dyn, maximal}}$	$\mu_{\text{dyn, stationär}}$	Quelle
Si(110)/Si(110) Si(111)/Si(110) Si(100)/Si(110)	Stift/Scheibe	50-100 mN	0,25	0,7	0,3	[97]
Si(110)/Poly-Si	Stift/Scheibe	50-100 mN	-	-	0,3-0,4	
$\text{SiO}_2/\text{SiO}_2$	Stift/Scheibe	50-100 mN	0,55	0,8	0,7	
Poly-Si/Si	Mikromotor 200-10000 U/s	k.A.	-	-	0,25-0,35	[98]

**Tabelle 1.2:** Dynamische Gleitreibungszahl  $\mu_{\text{dyn}}$  zwischen unterschiedlich orientierten Si-Oberflächen und  $\text{SiO}_2$  in Selbstpaarung (nach [97]) sowie an einem Silicium-Mikromotor (nach [98]) jeweils unter Laboratmosphäre.

RKM-Messungen zur Reibung auf unterschiedlich vorbehandelten ein- und polykristallinen Siliciumoberflächen wurden in [99] und [100] vorgestellt. Dabei kamen als Gegenkörper  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Spitzen mit einem Spitzenradius von ca. 30 nm zum Einsatz. Die Ergebnisse der unter Laboratmosphäre und bei Normalkräften von 0 bis 150 nN durchgeführten Untersuchungen sind in **Tabelle 1.3** zusammengefaßt. Dabei wurde die Normalkraft aus der Summe der Auflagekraft und der ermittelten Adhäsionskraft zwischen Spitze und Probe errechnet. Die Angaben zur geometrischen Mittenrauheit  $R_q$  der Oberflächen wurden mit dem RKM auf einer Fläche von jeweils  $(1 \times 1) \mu\text{m}^2$  [99] bzw.  $(0,5 \times 0,5) \mu\text{m}^2$  [100] ermittelt.

In Zusammenhang mit den Messungen nach [100] wurde auch der Einfluß der Topographie auf die Reibungskraft untersucht. Die Autoren kamen zu dem Schluß, daß eine Korrelation zwischen der lokalen Änderung der gemessenen Reibungskraft und der lokalen Topographie-

steigung bestand (vgl. [45]). Vergleichsweise wurden in einem Labortribometer Reibungsmessungen unter reversierender Gleitbeanspruchung (0,8 mm Gleitweg, Frequenz 1 Hz) zwischen  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Kugeln ( $\varnothing$  5 mm) und Silicium-Platten bei einer Auflagekraft von 1 N angeführt. Die Reibungszahl lag hierbei mit  $\mu = 0,4$  fast eine Größenordnung über den mit dem RKM ermittelten Werten [99].

Probe	Probenoberfläche	Vorbehandlung	$R_q$ in nm	Reibungszahl $\mu$	Quelle
Si-Einkr.	$\text{SiO}_2$ (native oxide)	-	0,14	0,07-0,08	[99]
Si-Einkr.	k.A.	gereinigt mit HF	0,14	0,06	
Si(111)	$\text{SiO}_2$ (native oxide)	-	0,11	0,03	[100]
Si(110)	$\text{SiO}_2$ (native oxide)	-	0,09	0,04	
Si(100)	$\text{SiO}_2$ (native oxide)	-	0,12	0,03	
Poly-Si	$\text{SiO}_2$ (native oxide)	-	1,07	0,04	
Poly-Si	$\text{SiO}_2$ (native oxide)	geläppt	0,16	0,05	
Si(111)	0,5 $\mu\text{m}$ $\text{SiO}_2$	Trockenoxidation	0,11	0,04	
Si(111)	1 $\mu\text{m}$ $\text{SiO}_2$	Feuchtoxidation	0,25	0,04	

**Tabelle 1.3:** RKM-Reibungsmessungen an Silicium Ein- und Polykristallen, sowie  $\text{SiO}_2$ -Oberflächen im Kontakt mit  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Spitzen (nach [99, 100]).

Anhand von RKM-Messungen wurde der Einfluß der relativen Feuchte auf die Reibung zwischen Wolframspitzen (Spitzenradius  $\approx 100$  nm) und hydrophilen, oxidbedeckten Si(100)-Oberflächen in [101, 102] aufgezeigt. Die Reibungszahl  $\mu$  wurde dabei dem Anstieg der Meßkurven  $F_R(F_L)$  gleichgesetzt. Bei den in einer kontrolliert mit Wasserdampf angereicherten  $\text{N}_2$ -Atmosphäre durchgeführten Experimenten wurde für Feuchten  $< 75$  % keine signifikante Abhängigkeit der Reibungszahl von der Feuchte festgestellt. Gleichzeitig konnte eine Zunahme der Reibungs- und Adhäsionskräfte mit steigender Zahl der Übergleitungen registriert werden. Dieses Verhalten wurde auf eine Vergrößerung der Kontaktflächen im Verlauf der Messung zurückgeführt. Für höhere Feuchten ist eine Abnahme der Reibungszahl mit steigender Feuchte von  $\mu = 0,56$  bei 75 % r.F. auf  $\mu = 0,25$  bei 95 % r.F. beobachtet worden. Als Erklärung dafür wurde der zunehmende Wasserdampfpartialdruck angesehen, der ungebundene Wassermoleküle in die Kontaktbereiche preßt und somit deren Scherwiderstand herabsetzt. Weiterhin wurde festgestellt, daß für Auflagekräfte zwischen -900 nN und 400 nN näherungsweise eine lineare Zunahme der Reibungskraft mit steigender Auflagekraft zu verzeichnen war. Dies wurde durch eine Vergrößerung der Anzahl der Mikrokontaktflächen mit zunehmender Auflagekraft erklärt.

Über den Unterschied der Reibungskraft zwischen H-terminierten und in-situ oxidierten Si(100)-Oberflächen wurde in [103] berichtet. Die Untersuchungen wurden mit einem RKM unter Laboratmosphäre bei 70 % r.F. und unter Verwendung von Si-Spitzen als Gegenkörper durchgeführt. Die Auflagekraft betrug 20 nN. Auf den oxidierten Si-Oberflächen wurde eine Reibungskraft von 120 nN ermittelt, auf den H-terminierten Bereichen von 100 nN.

Bei den in [104] vorgestellten RKM-Messungen zur Reibungskraft auf H-terminierten, hydrophoben Si(100)-Oberflächen im Vergleich zu SiO<sub>2</sub>-Oberflächen wurden Reibungszahlen von  $\mu_{\text{Si}} = 0,6$  bzw.  $\mu_{\text{SiO}_2} = 0,3$  im Kontakt mit Si-Spitzen festgestellt. Die bei einer Auflagekraft von bis zu 35 nN durchgeführten Versuche fanden in trockener N<sub>2</sub>-Atmosphäre statt.

### Aluminiumoxid

Untersuchungen zur Reibung zwischen  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Einkristallen (Saphir) untereinander und mit Silicium wurden in [96] und [105] vorgestellt. Die Messung der dynamischen Reibungszahl erfolgte in einem Labortribometer (Stift/Platte-Anordnung) bei reversierender Übergleitung ( $v = 1$  mm/s). Für die Platten wurde eine Mittenrauheit von  $R_a \approx 2$  nm angegeben. Der Durchmesser der Stifte lag bei 2,4 mm. Die unter Laboratmosphäre (30-35 % r.F.) und bei einer Auflagekraft von 10-50 mN ermittelten Ergebnisse sind in **Tabelle 1.4** zusammengefaßt.

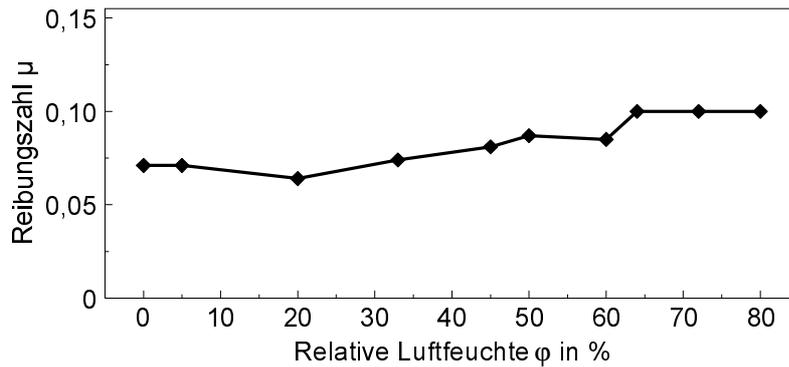
Paarung	Meßsystem	Auflagekraft	$\mu_{\text{dyn}}$	Quelle
Saphir/Saphir(0001)	Stift/Platte	50 mN	0,15	[96]
Saphir/Si(100)	Stift/Platte	50 mN	0,11	
Saphir/Saphir	Stift/Platte	10-50 mN	0,08	[105]
Si(100)/Saphir	Stift/Platte	10-50 mN	0,15	

**Tabelle 1.4:** Dynamische Reibungszahlen zwischen Saphir/Saphir und Saphir/Si(100) unter Laboratmosphäre bei 30-35 % r.F. (nach [96, 105]).

In [96] wurde die mit einem Zentrifugaltribometer unter Laboratmosphäre (30 % r.F.) und einer Auflagekraft von 0,69 mN ermittelte statische Reibungszahl zwischen einem Saphir- und einem Si(100)-Plättchen (jeweils  $R_a \approx 1$  nm,  $A_G = 1$  cm<sup>2</sup>) mit  $\mu_{\text{stat}} = 0,10$  angegeben.

Im Rahmen von mikrotribologischen Untersuchungen an Materialien für Schreib-Lese-Köpfe in Computerfestplatten wurden in [106] RKM-Reibungsmessungen an polykristallinem  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (99,5 %) mit einer mittleren Korngröße von 17  $\mu\text{m}$  vorgestellt. Als Gegenkörper wurden Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Spitzen mit einem Spitzenradius von 30-50 nm verwendet. Die Normalkraft lag zwischen 10 nN und 150 nN. Für die Reibungszahl wurde unter Laboratmosphäre ein Wert von 0,03 ermittelt. Die zum Vergleich in einem Labortribometer (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Platte/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Kugel mit  $\varnothing$  3 mm) in reversierender Übergleitung ( $s = 7$  mm,  $v = 1$  mm/s) bei 10 mN Auflagekraft durchgeführten Reibungsmessungen ergaben zu Versuchsbeginn eine dynamische Reibungszahl von  $\mu_{\text{dyn, initial}} = 0,18$  und im stationären Zustand Werte von  $\mu_{\text{dyn, stationär}} = 0,2-0,6$ .

In [104, 107] wurden die Ergebnisse von RKM-Untersuchungen zum Einfluß der relativen Luftfeuchte auf die Reibung zwischen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Oberflächen im Kontakt mit Si- und Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Spitzen dargestellt. Die Oberflächen beider Spitzenmaterialien wurden aufgrund der Bedekung mit einer SiO<sub>2</sub>-Schicht als oxidisch charakterisiert. Im **Bild 1.8** ist die ermittelte Abhängigkeit der Reibungszahl  $\mu$  von der relativen Luftfeuchte wiedergegeben. Die Messungen wurden mit einer Auflagekraft von 1-100 nN durchgeführt. Im Ergebnis stellten die Autoren fest, daß die Reibung nur schwach von der relativen Feuchte beeinflusst wurde und führten dies auf einen hydrophoben Charakter der Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Oberfläche zurück.



**Bild 1.8:** Reibungszahl  $\mu$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\phi$  zwischen einer  $\text{SiO}_2$ -bedeckten Siliciumspitze und einer  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Oberfläche (nach [104]).

Ergänzend sei auf die in [108] vorgestellten RKM-Untersuchungen zur Gleitreibung zwischen  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Spitzen und  $\text{SiO}_2$ - bzw.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Oberflächen in Abhängigkeit vom pH-Wert des Umgebungsmediums hingewiesen. Als Elektrolyt wurde eine 1 mM NaCl-Lösung verwendet. Die Einstellung des pH-Wertes erfolgte durch Zugabe von HCl bzw. NaOH. Im Ergebnis erwies sich die Reibungskraft als sensitiv auf die spezifischen isoelektrischen Punkte (IEP,  $\text{SiO}_2$ :  $\text{pH} \approx 2$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ :  $\text{pH} \approx 6$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ :  $\text{pH} \approx 9$ ) der Materialien. Bei gleichnamiger Oberflächenladung der Probekörper war qualitativ eine niedrige Reibungskraft zu verzeichnen, während bei entgegengesetzter Ladung hohe Reibungskräfte beobachtet wurden. Quantitative Angaben zur Reibungskraft bzw. zu Reibungszahlen wurden nicht dargestellt.

## 1.4 Zielsetzung

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war die Untersuchung der Reibung von Silicium- und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Einkristalloberflächen im Gleitkontakt mit Silicium. Unter Einsatz rasterkraftmikroskopischer Verfahren sollten die Reibungs- und Kontaktwechselwirkungen zwischen den Materialien unter Modifikation der Beanspruchungs- und Umgebungsbedingungen charakterisiert werden, um Rückschlüsse auf bestimmende Faktoren bei der Reibung im Mikro- und Submikrometerbereich zu erhalten. Hierbei war insbesondere der Einfluß der relativen Luftfeuchte sowie der Auflagekraft von Interesse, deren gezielte Variation im Vordergrund der Untersuchungen stehen sollte.

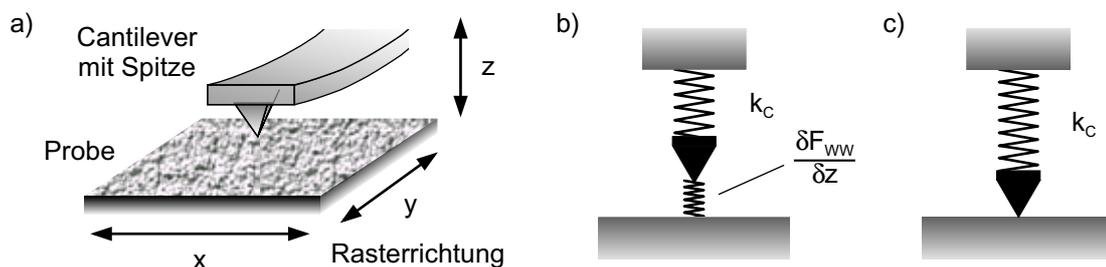
Die zur Lösung der Aufgabenstellung zur Verfügung stehenden, kommerziellen Rasterkraftmikroskope waren durch zusätzliche Versuchseinrichtungen zu ergänzen. In Hinblick auf die Realisierung der Messungen waren geeignete Probenpräparationsverfahren und Vorgehensweisen zur Versuchsdurchführung zu erarbeiten sowie spezifische Methoden zur Auswertung und Analyse der experimentellen Daten zu entwickeln. Ausgehend von den Untersuchungsergebnissen sollten die relevanten Einflußfaktoren und Mechanismen der Reibung zwischen Silicium und Silicium bzw.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und Silicium herausgearbeitet und diskutiert werden.

## 2. Rasterkraftmikroskopie

Beim Rasterkraftmikroskop (RKM) werden zwei Körper (Sondenspitze und Probe) einander auf geringe Distanz angenähert bzw. in Kontakt miteinander gebracht. In Abhängigkeit von den Materialeigenschaften und den Umgebungsbedingungen sind dabei spezifische abstandsabhängige Kraftwechselwirkungen zwischen beiden zu beobachten. Van der Waals-Kräfte, elektrostatische und magnetische Kräfte zählen hier zu den langreichweitigen Wechselwirkungen, die in Abständen von bis zu einigen hundert Nanometern meßbar sind. Im Nahbereich unterhalb 1 nm bzw. im Kontakt überwiegen dagegen interatomare repulsive Kräfte und Adhäsionswechselwirkungen. Eine ausführliche Darstellung sowie die Diskussion relevanter Kraftwechselwirkungen wird z.B. in [109, 110] gegeben.

### 2.1 Funktionsprinzip

Die beim RKM als Kraftsensor eingesetzte Sondenspitze befindet sich am freien Ende eines als Hebelarm wirkenden *weichen* Federbalkens, dem sog. Cantilever. Als geometrische Form wird dafür häufig eine einfache Balkengeometrie mit rechteckigem Querschnitt verwendet (**Bild 2.1a**). Während sich die Spitze der Probenoberfläche nähert, wird aufgrund der auf sie einwirkenden Kraftwechselwirkungen der Cantilever aus seiner Ruhelage ausgelenkt. Diese Auslenkung stellt die eigentliche Meßgröße dar.



**Bild 2.1:** Schema (a) und Grundprinzipien des dynamischen (b) und statischen (c) RKM.

Ähnlich dem Elektronenstrahl in der Rasterelektronenmikroskopie wird zur flächenhaften Kartierung der Wechselwirkungen zwischen Sondenspitze und Probe eine rasterartige Relativbewegung der Spitze bezüglich der Probenebene (x-y-Ebene) ausgeführt. Die mittels Piezoaktuatoren realisierte Bewegung erfolgt dabei zeilenweise, wobei in jedem Rasterpunkt ein adäquates Meßsignal als Funktion der x-y-Koordinaten registriert wird.

Allgemein sind zwei Grundprinzipien der Rasterkraftmikroskopie zu unterscheiden: die **dynamische** und die **statische** Rasterkraftmikroskopie.

Das **dynamische RKM** tastet die Probenoberfläche berührungslos ab ('Non-Contact Mode'), wobei der Arbeitsabstand zwischen einigen Nanometern und einem Mikrometer liegt. Zur Messung der Kraftwechselwirkungen wird der Cantilever extern zu einer Schwingung im Bereich seiner Resonanzfrequenz angeregt. Nähert sich die Spitze der Oberfläche, so werden die Schwingungseigenschaften des Systems durch die abstandsabhängigen Wechselwirkungskräfte  $F_{\text{WW}}$  beeinflusst, die als zusätzliches Federsystem wirken (Bild 2.1b). Die effektive Federkonstante  $k_{\text{eff}}$  des Gesamtsystems ergibt sich zu

$$k_{\text{eff}} = k_{\text{C}} + \frac{\delta F_{\text{WW}}}{\delta z} \quad (2.1)$$

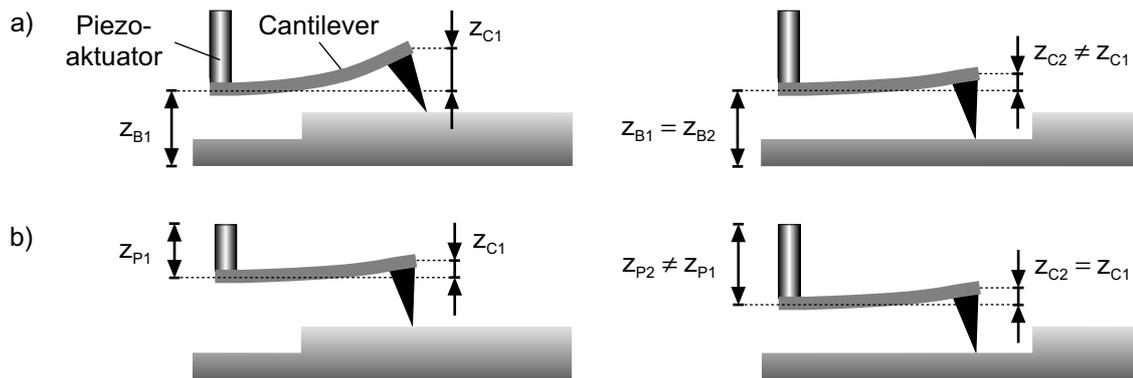
wobei  $k_{\text{C}}$  die vertikale Federkonstante des Cantilevers ist. Beim dynamischen RKM wird also nicht die Kraft sondern vielmehr der Kraftgradient registriert. Zur Signalgewinnung kann die Resonanzverschiebung des Systems oder die Änderung der Schwingungsamplitude des Cantilevers herangezogen werden. Das dynamische RKM eignet sich besonders zur Messung sehr kleiner Kräfte ( $10^{-9}$ - $10^{-12}$  N) und zur Untersuchung langreichweitiger Kraftwechselwirkungen. Aufgrund der berührungslosen Abtastung findet keine Belastung von Spitze und Probe statt, so daß auch sehr empfindliche Oberflächen wie z.B. von biologischen Objekten oder molekularen Schichten untersucht werden können [31, 43, 110, 111].

Beim **statischen RKM** befindet sich die Sondenspitze im direkten Kontakt mit der Probenoberfläche. Es wird deshalb auch vom sog. Kontaktmode ('Contact Mode') gesprochen. Im einfachsten Fall läßt sich die Kraft nach dem HOOK'schen Gesetz aus der Auslenkung  $z_{\text{C}}$  am freien Ende des Cantilevers und über dessen Federkonstante  $k_{\text{C}}$  zu

$$F = k_{\text{C}} z_{\text{C}} \quad (2.2)$$

bestimmen (Bild 2.1c). Mit dem statischen RKM ist eine sehr hohe, bis in den atomaren Bereich reichende laterale und vertikale Ortsauflösung möglich. Die Kontaktkräfte zwischen Spitze und Probe liegen typischer Weise bei einigen  $10^{-9}$  N, können aber auch bei entsprechender Konfiguration bis zu  $10^{-5}$  N betragen. Durch die Kontaktbeanspruchung sind sowohl Zerstörungen an der Probenoberfläche als auch an der Sondenspitze möglich. Weiterhin spielen Kapillarkräfte, z.B. bei Messungen an feuchter Luft eine Rolle, deren Beitrag den anderer Wechselwirkungskräfte deutlich übersteigen kann. Das statische RKM ermöglicht u.a. auch die Bestimmung von Reibungskräften [21, 42, 110]. Zur Signalgewinnung wird beim statischen RKM zwischen der Messung in konstanter Höhe ('Constant Height Mode') und der Messung mit konstanter Kraft ('Constant Force Mode') unterschieden (**Bild 2.2**) [22].

Im **Constant-Height-Mode** wird nur die Auslenkung  $z_{\text{C}}$  des Cantilevers registriert, d.h. es erfolgt keine Nachführung der Sondenspitze in Abhängigkeit vom Höhenprofil der Oberfläche und der Abstand  $z_{\text{B}}$  der Cantileverbasis zur Bezugsebene (i.a. die Probenaufgabe) ist konstant (Bild 2.2a). Für die Messung werden Oberflächen vorausgesetzt, die keine oder nur geringe Höhenkorruptionen im Nanometerbereich aufweisen. Angewandt wird diese Methode vorrangig für Messungen bei denen eine atomare Ortsauflösung erreicht werden soll.



**Bild 2.2:** Betriebsmoden des statischen RKM:

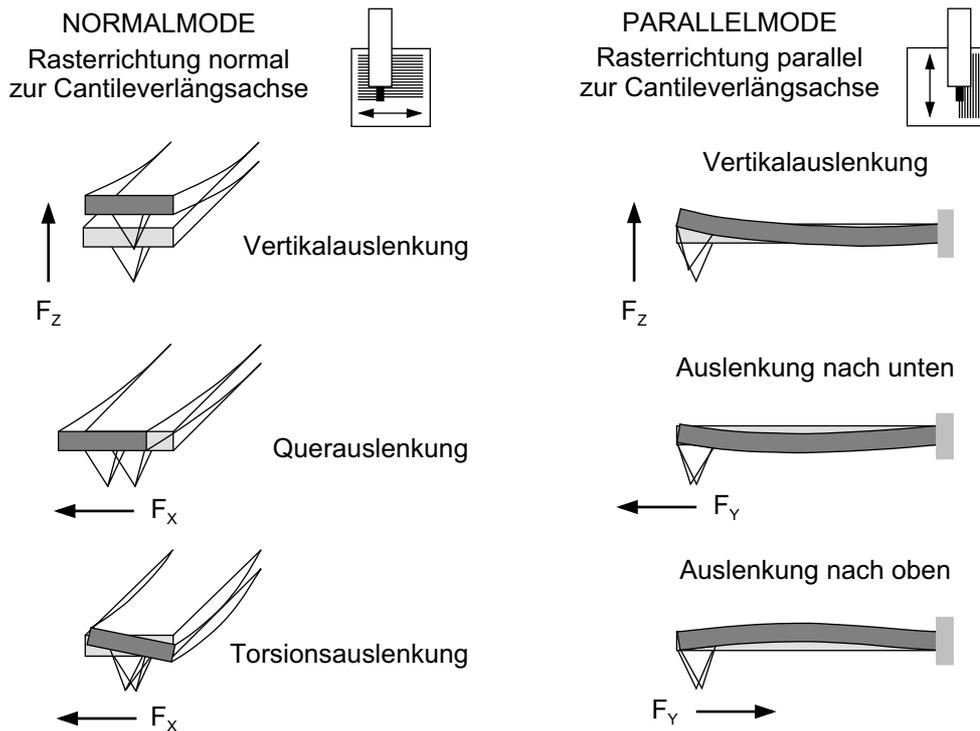
a) Constant-Height-Mode und b) Constant-Force-Mode.

Zur Messung im **Constant-Force-Mode** wird die vertikale Auslenkung des Cantilevers  $z_C$  und damit die Kraft zwischen Spitze und Probe konstant gehalten (Bild 2.2b). In jedem Rasterpunkt wird dazu die Auslenkung registriert und als Meßsignal einem Regelkreis zugeführt, der über die Längenausdehnung  $z_P$  eines Piezoaktuators die Vertikalposition der Cantileverbasis relativ zur Bezugsebene solange ändert, bis ein vor Beginn der Messung eingestellter Sollwert für die Auslenkung  $z_C$  wieder erreicht wird. Eine konstante Wechselwirkungskraft vorausgesetzt, folgt die Sondenspitze damit dem Oberflächenprofil der Probe.

## 2.2 Meßmethoden

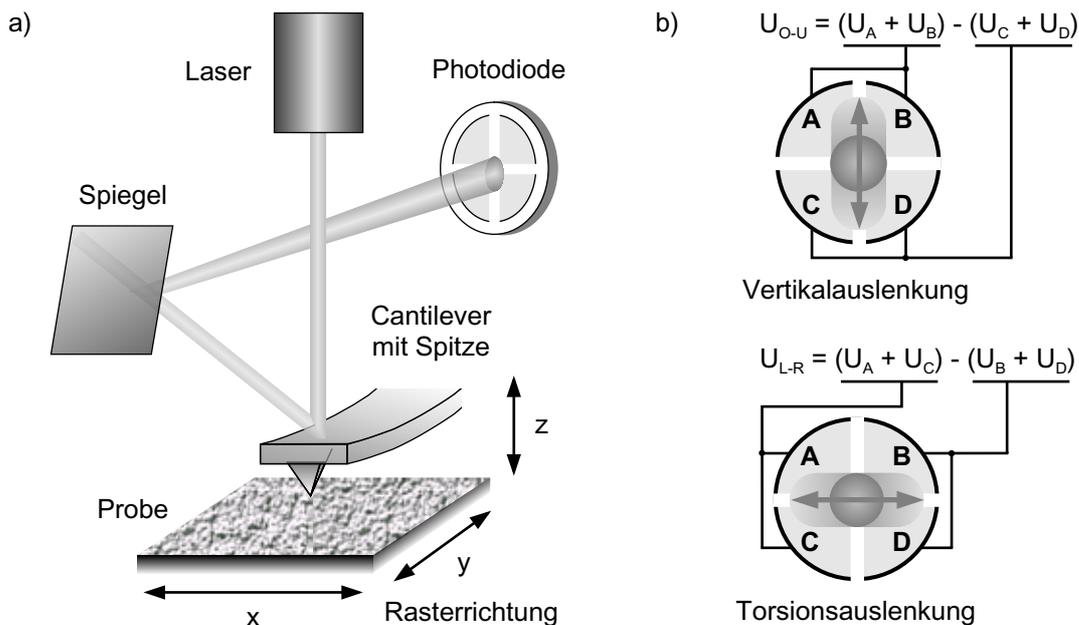
Bei der Betrachtung der Meßmethoden werden im Folgenden die Verhältnisse eines im 'Constant Force Mode' arbeitenden statischen RKM dargestellt. Nach Annäherung der Spitze in den Probenkontakt sind im statischen Fall nur die Normalkräfte in vertikaler Richtung zu berücksichtigen, die zu Auslenkungen des Cantilevers in z-Richtung führen. Mit Beginn der Rasterung wird die Spitze relativ zur Oberfläche in der x-y-Ebene bewegt, wobei mit dem Begriff der Rasterrichtung i.a. die Richtung der Zeilenbewegung umschrieben wird und senkrecht dazu der Zeilenwechsel stattfindet. Die im Kontakt wirksamen attraktiven Wechselwirkungskräfte äußern sich im dynamischen Fall auch als Lateralkräfte, die in x- bzw. y-Richtung der Bewegung der Spitze auf der Probenoberfläche entgegenwirken. Entsprechend der Größe der Lateralkräfte führen diese zu zusätzlichen Auslenkungen des Cantilevers. Zur Veranschaulichung, sind im **Bild 2.3** die Auslenkungen eines balkenförmigen Cantilevers in Abhängigkeit von der Rasterrichtung für die Bewegung normal bzw. parallel zu dessen Längsachse (bezeichnet als Normal- bzw. Parallelmode) schematisch dargestellt.

Wie aus der Grafik ersichtlich, führt eine in vertikaler Richtung wirksame Kraft  $F_z$  immer zu einer Auslenkung in z-Richtung. Erfolgt die Bewegung normal zur Cantileverachse, werden infolge der Lateralkraft  $F_x$  Quer- und Torsionsauslenkungen beobachtet, während bei Bewegungen parallel zur Cantileverachse durch die Lateralkraft  $F_y$  Auslenkungen in z-Richtung zu verzeichnen sind [29, 112-114]. Aufgrund der mechanischen Überlagerung von Lateral-, Torsions- und Vertikalbewegung entspricht die tatsächliche Cantileverauslenkung dabei immer einer Kombination der hier einzeln dargestellten Komponenten [33].



**Bild 2.3:** Schematische Darstellung der Cantileverauslenkung in Abhängigkeit von der Rasterrichtung und der an der Spitze angreifenden Kraft.

Bei der Bestimmung der Cantileverauslenkung nach dem Reflexionsprinzip ('Optical Lever Deflection') ist eine simultane Messung der Vertikal- und Torsionsauslenkungen gegeben (**Bild 2.4**). Um Querauslenkungen weitgehend ausschließen zu können wird vorausgesetzt, daß die Breite des Cantilevers weitaus größer als dessen Dicke ist, so daß sich Lateralkräfte in x-Richtung praktisch nur in der Torsionsauslenkung äußern können [29, 33, 115, 116].



**Bild 2.4:** a) Messung der Cantileverauslenkung nach dem Reflexionsprinzip ('Optical Lever Deflection') und b) Auswertung der Sensorspannungen der Photodiode.

Das Meßprinzip (Bild 2.4a) beruht darauf, daß der von einer Laserdiode erzeugte optische Meßstrahl auf das freie Ende des Cantilevers gerichtet wird, welches als Reflektionsfläche dient. Unter Krafteinwirkung auf die Spitze wird der Cantilever in vertikaler Richtung ausgelenkt bzw. um seine Längsachse tordiert und es erfolgt eine Ablenkung des Laserstrahls. Über einen Spiegel wird der reflektierte Laserstrahl auf eine in vier Segmente unterteilte Photodiode (Sensor) projiziert, die das auftreffende Laserlicht in intensitätsabhängige Spannungswerte umwandelt. Anhand der an den Segmenten registrierten Sensorteilspannungen wird die Position des Meßstrahls auf der Photodiode bestimmt und meßtechnisch erfaßt. Bei einer in x-Richtung verlaufenden Bewegung ist die vertikale Auslenkung des Cantilevers proportional der Differenz der Sensorteilspannungen der oberen und unteren Segmente, während die durch Lateralkräfte bedingten Torsionsauslenkungen proportional zur Differenz der Teilspannungen der linken und rechten Segmente sind (Bild 2.4b):

$$F_z \propto U_{O-U} \cdot S_V \quad (2.3)$$

$$F_x \propto U_{L-R} \cdot S_T \quad (2.4)$$

Die Größen  $S_V$  und  $S_T$  geben die Positionsempfindlichkeit des Sensors bezüglich der Vertikal- bzw. der Torsionsauslenkung des Cantilevers an [30, 117].

Für die **Topographiemessung** im 'Constant Force Mode' wird im Kontakt die vertikale Auslenkung des Cantilevers konstant gehalten, indem über einen Piezoaktuator die Vertikalposition der Cantileverbasis relativ zur Bezugsebene so verändert wird, daß die Sensorspannung  $U_{O-U}$  einem vorgegebenem konstanten Sollwert entspricht. Die Längenänderung des Piezoaktuators ist damit ein Maß für die topographische Höhe  $h$  der Probenoberfläche und wird als Funktion  $h(x,y)$  aufgezeichnet (Topographiebild). Für eine Zeilenbewegung normal zur Cantileverlängsachse (Normalmode) kann unabhängig davon die Sensorspannung  $U_{L-R}(x,y)$  registriert werden, um Informationen über die Lateralkräfte im Kontakt anhand der Torsionsauslenkung des Cantilevers zu erhalten (Lateralkraftbild). In diesem speziellen Fall wird von Lateralkraftmikroskopie ('Lateral Force Microscopy', LFM) oder allgemeiner von **Reibungskraftmikroskopie**<sup>†</sup> ('Friction Force Microscopy', FFM) gesprochen [29-33, 118].

### 2.2.1 Reibungskraftmikroskopie

Für die qualitative und quantitative Bewertung der im Kontakt wirksamen Reibungskräfte ist es notwendig, die Cantileverauslenkungen unter Krafteinwirkung und die Kontrastmechanismen der Abbildungsprozesse näher zu betrachten. Hierfür wird von einem im 'Constant Force Mode' betriebenen RKM ausgegangen. Hinsichtlich der Bewegung der Spitze relativ zur Probenoberfläche wird dabei zwischen der Rasterrichtung in x-Richtung, d.h. normal zur Cantileverlängsachse und der Rasterrichtung in y-Richtung parallel dazu unterschieden, wofür die Begriffe **Normalmode** bzw. **Parallelmode** eingeführt werden (vgl. Bild 2.3). Des weiteren wird von einem balkenförmigen Cantilever mit rechteckigem Querschnitt ausgegangen. Anhand der geometrischen Abmessungen des Cantilevers Breite  $B_C$ , Dicke  $D_C$  und Länge  $L_C$  (**Bild 2.5a**) sowie dem Elastizitätsmodul  $E$  bzw. dem Schubmodul  $G$  des Cantilevermaterials

<sup>†</sup> In der Literatur werden die Bezeichnungen LFM bzw. FFM teils mit widersprüchlichem Inhalt verwendet. Der Begriff der 'Friction Force Microscopy' faßt i.a. die Messung von Lateral- bzw. Reibungskräften unabhängig von den speziell verwendeten Methoden oder Verfahrensweisen zusammen. Dagegen sollte der Begriff der 'Lateral Force Microscopy' dem eben beschriebenen Meßverfahren vorbehalten bleiben.

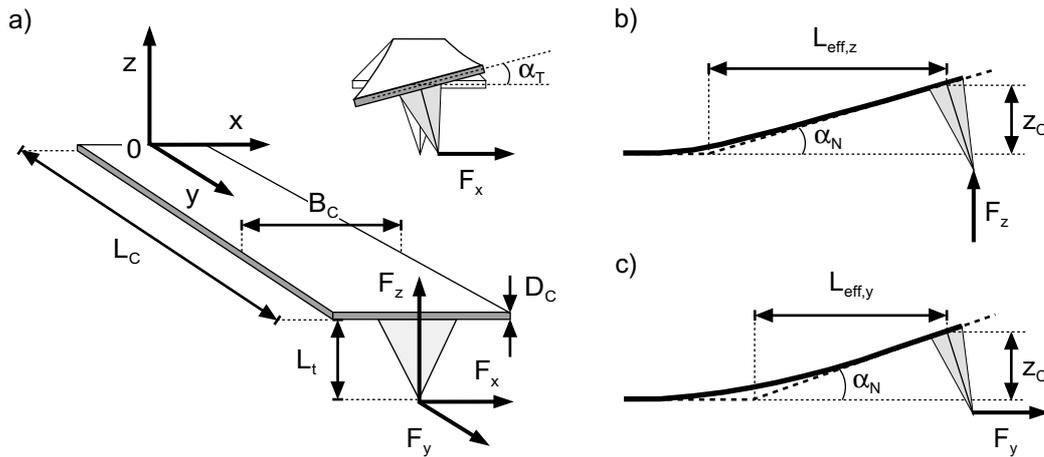
erfolgt nach [29, 119] die Berechnung der vertikalen Federkonstante  $k_C$ , der Federkonstante  $k_Q$  senkrecht zur Cantileverlängsrichtung und der Torsionsfederkonstante  $k_T$  gemäß

$$k_C = (EB_C D_C^3) / (4L_C^3) \quad (2.5)$$

$$k_Q = (EB_C^3 D_C) / (4L_C^3) \quad (2.6)$$

$$k_T = (GB_C D_C^3) / (3L_C L_t^2) \quad (2.7)$$

Dabei wird von einem über die Cantileverlänge  $L_C$  konstanten Flächenträgheitsmoment ausgegangen. Für die Berechnung von  $k_T$  wird vorausgesetzt, daß  $B_C \gg D_C$  gilt.



**Bild 2.5:** a) Größen und Koordinatensystem b) Ableitung der effektiven Cantileverlänge unter einer Kraft  $F_z$  in z-Richtung und c) unter einer Kraft  $F_y$  in y-Richtung.

Die Größe von  $k_Q$  liegt in der Praxis i.a. weit über der vertikalen Federkonstante  $k_C$  (Faktor 100 bis 1000), so daß Querauslenkungen des Cantilevers vernachlässigt werden können. Für die Torsionsauslenkung ist nach Gleichung 2.7 neben der Cantileverdicke die Spitzenlänge  $L_t$  maßgebend.

### Normalmode

Die Wechselwirkungen im Kontakt rufen eine am Spitzenende angreifende Kraft  $\vec{F}$  hervor, deren x-Komponente bei der Bewegung in x-Richtung zu einem Torsionsmoment  $M_T(L_C) = F_x L_t$  und so zu einer Torsionsauslenkung des Cantilevers um dessen Längsachse mit dem Torsionswinkel  $\alpha_T$  führt (Bild 2.5a). Nach [119] gilt unter der Annahme einer konstanten Normalkraft  $F_z$  senkrecht zur Probenoberfläche:

$$F_x = \alpha_T k_T L_t \quad (2.8)$$

Bei der Messung im 'Constant Force Mode' wird die Cantileverauslenkung  $z_C$  und damit die Auflagekraft  $F_L$  konstant gehalten. Für  $\alpha_T = 0$  folgt  $F_z = F_L$ . Unter der Kraft  $F_x$  wird die Spitze aus der Normalenrichtung um den Winkel  $\alpha_T$  verkippt, so daß die Normalkraft  $F_z$  einer Änderung  $\Delta F_z = F_x \tan \alpha_T$  unterliegt und  $F_z \neq F_L$  ist. Bei kleinem  $\alpha_T$  und konstantem  $F_L$  ergibt sich für die Normalkraft  $F_z$  näherungsweise

$$F_z = F_L + F_x \alpha_T \quad (2.9)$$

### Parallelmode

Bei der Bewegung in  $y$ -Richtung bewirken die  $z$ - und  $y$ -Komponenten der am Spitzenende angreifenden Kraft  $\vec{F}$  eine Auslenkung  $z(y)$  des Cantilevers in  $z$ -Richtung (Bild 2.5b, c), die nach [119-121] für kleine Auslenkungen an einem balkenförmigen Cantilever unter der Voraussetzung  $(dz/dy)^2 \ll 1$  durch eine Differentialgleichung der Form

$$\frac{d^2z}{dy^2} = \frac{M_B(y)}{EI_y(y)} \quad (2.10)$$

beschrieben werden kann.  $M_B(y)$  ist dabei das von der angreifenden Kraft hervorgerufene Biegemoment und  $I_y$  das Flächenträgheitsmoment des Cantileverquerschnitts bzgl. der  $y$ -Richtung. Bei einer in  $z$ -Richtung wirksamen Kraft  $F_z$  ergibt sich aus dem Biegemoment  $M_B(y) = F_z \cdot X$  mit  $X = (L_C - y)$  und  $k_C$  nach Gl. 2.5 für die Auslenkung

$$z(X, F_z) = \frac{F_z}{2k_C} \left( 2 - \frac{3X}{L_C} + \frac{X^3}{L_C^3} \right) \quad (2.11)$$

bzw. aus dem Biegemoment  $M_B(y) = F_y L_t$  bei einer Kraft  $F_y$  in  $y$ -Richtung

$$z(X, F_y) = \frac{3F_y L_t}{2k_C L_C} \left( 1 - \frac{2X}{L_C} + \frac{X^2}{L_C^2} \right) \quad (2.12)$$

Die Gesamtauslenkung  $z_C$  des Cantilevers an dessen freiem Ende bei  $z(y=L_C)$  bzw.  $z(X=0)$  errechnet sich aus der Summe der Einzelauslenkungen zu

$$z_C(F_z, F_y) = \frac{1}{k_C} \left( F_z + \frac{3F_y L_t}{2L_C} \right) \quad (2.13)$$

Erfolgt im 'Constant Force Mode' die Messung der Cantileverauslenkung nach dem Reflexionsprinzip, so wird nach [30, 120, 121] bei genauerer Betrachtung nicht die Auslenkung  $z_C$ , sondern vielmehr der Auslenkungswinkel  $\alpha_N$  durch den Regelkreis konstant gehalten (vgl. Bild 2.5b, c). Für kleine Auslenkungen  $z_C$  ergibt sich der Winkel an der Stelle  $y = L_C$  näherungsweise aus der Ableitung der Funktion  $z(X)$  zu  $\alpha_N \approx z'(0)$ . Mit  $\tan \alpha_N \approx \alpha_N$  kann die effektive Cantileverlänge gemäß  $L_{\text{eff}} = z(X)/\alpha_N$  bei einer in  $z$ -Richtung wirkenden Kraft  $F_z$  mit Gl. 2.11 zu

$$L_{\text{eff},z} = \frac{2}{3} L_C \quad (2.14)$$

und für eine ausschließlich in  $y$ -Richtung angreifende Kraft  $F_y$  mit Gl. 2.12 zu

$$L_{\text{eff},y} = \frac{L_C}{2} \quad (2.15)$$

angegeben werden (vgl. Bild 2.5b, c). Der Auslenkungswinkel  $\alpha_N(F_z, F_y)$  ergibt sich dann analog zu Gl. 2.13 aus der Summe der Einzelauslenkungen  $\alpha_N(F_z)$  und  $\alpha_N(F_y)$ :

$$\begin{aligned} \alpha_N(F_z, F_y) &= \frac{F_z}{k_C L_{\text{eff},z}} + \frac{F_y}{k_C L_{\text{eff},z}} \cdot \frac{L_t}{L_{\text{eff},y}} \\ &= \frac{1}{k_C L_{\text{eff},z}} \left( F_z + \frac{L_t}{L_{\text{eff},y}} F_y \right) \end{aligned} \quad (2.16)$$

Dabei wird vorausgesetzt, daß die Cantileverauslenkung  $z_C$  klein im Vergleich zur Spitzenlänge  $L_t$  ist und somit zusätzliche Beiträge zum Biegemoment aus der Verkippung der Spitze bzgl. der z-Richtung vernachlässigt werden können.

Die im 'Constant Force Mode' konstant gehaltene Auflagekraft  $F_L$  kann nach [120] mit  $\lambda = L_t/L_{\text{eff},y} = (2L_t)/L_C$  zu

$$F_L = F_z + \lambda F_y \quad (2.17)$$

beschrieben werden. Weiterhin ergibt sich für die Cantileverauslenkung  $z_C$  nach Gl. 2.13 und mit  $\Lambda = L_t\{(1/L_{\text{eff},y}) - (1/L_{\text{eff},z})\} = L_t/(2L_C)$ :

$$z_C = \frac{1}{k_C}(F_L - \Lambda F_y) \quad (2.18)$$

Aus den Ableitungen wird ersichtlich, daß die Cantileverauslenkung im 'Constant Force Mode' mit der Lateralkraft  $F_y$  variiert. Die Änderungen von  $z_C$  sind mit den Änderungen der Position des z-Piezoaktuators gleichzusetzen, der die Auslenkung in z-Richtung konstant hält. Für  $F_y \neq 0$  beträgt die Änderung der Auslenkung  $\delta z_P = -(\Lambda/k_C)F_y$ . Bei konstant gehaltener Auflagekraft  $F_L = F_z + \lambda F_y$  ändert sich gleichzeitig  $F_z$  mit  $\delta F_z = -\lambda F_y$ . Dies führt zu einer Änderung des Abstandes  $d_{SP}$  zwischen der Spitzen- und der Probenoberfläche mit  $\delta d_{SP} = \delta F_z / (dF_z / \delta d_{SP})$ . Nach [120] ergibt sich die resultierende Änderung der z-Position zu

$$\begin{aligned} \Delta z_P &= -(\delta z_P - \delta d_{SP}) \\ &= F_y \left( \frac{\Lambda}{k_C} - \frac{\lambda}{dF_z / d(d_{SP})} \right) \end{aligned} \quad (2.19)$$

Da mit der Änderung der z-Position auch die Oberflächentopographie wiedergegeben wird, äußert sich  $\Delta z_P$  in der gemessenen Topographie als scheinbare Höhenänderung  $\Delta h$  zusätzlich zur tatsächlichen Oberflächenhöhe. Der Ausdruck  $dF_z/d(d_{SP})$  in Gl. 2.19 ist eine quantitative Beschreibung für die Nachgiebigkeit des Kontaktes zwischen Spitze und Probe. Unter der Voraussetzung, daß  $\lambda$  und  $\Lambda$  in der selben Größenordnung liegen, ist  $\Lambda/k_C$  in Gl. 2.19 immer dann bestimmend, wenn  $k_C \ll |dF_z/d(d_{SP})|$  ist. Dies ist besonders bei der Messung auf 'weichen' Oberflächen von Bedeutung [120]. Bei 'harten' Oberflächen folgt:

$$\begin{aligned} F_y &= \frac{\Delta h}{\Lambda} k_C \\ &= 2\Delta h \frac{L_C}{L_t} k_C \end{aligned} \quad (2.20)$$

Für den Geometriefaktor  $\Gamma = L_C/L_t$  finden sich in der Literatur unterschiedliche Definitionen, je nachdem, welche Vereinfachungen in der Berechnung der Cantileverauslenkung getroffen wurden. Nach [99, 113, 122, 123] ist z.B.  $\Gamma = L_C/(2L_t)$  und nach [124]  $\Gamma = L_C/(3L_t)$ , wobei unberücksichtigt bleibt, daß eigentlich der Auslenkungswinkel  $\alpha_N$  im 'Constant Force Mode' konstant gehalten wird und nicht die Auslenkung  $z_C$ . Als Konsequenz daraus weisen in der Literatur veröffentlichte Reibungskraftwerte bei ansonsten vergleichbaren Meßbedingungen teils erhebliche Abweichungen untereinander auf und sind oft nicht direkt miteinander vergleichbar.

## 2.2.2 Topographie- und Lateralkraftkontrast

Dem nach [120, 121] entwickelten Modell folgend setzt sich die zwischen Spitze und Probe auftretende Wechselwirkungskraft  $\vec{F}$  aus drei Komponenten zusammen:

- einer Normalkraft  $\vec{F}_N$  senkrecht zur lokalen Oberflächenebene,
- einer lateralen Reibungskraft  $\vec{F}_R$  parallel zur lokalen Oberflächenebene, deren Richtung der Richtung der Relativbewegung von Spitze und Probe entgegengesetzt ist und die durch die Reibungszahl  $\mu$  gemäß  $|\vec{F}_R| = \mu \cdot |\vec{F}_N|$  beschrieben werden kann und
- einer durch anziehende Kräfte (z.B. Adhäsionskräfte) bedingten Kraftkomponente  $\vec{F}_A$ , die als topographieunabhängig angesehen wird und deren Richtung konstant in Richtung der mittleren Oberflächennormalen verläuft (negative z-Richtung).

Die Wechselwirkungskraft  $\vec{F}$  wird demnach in eine Normal- und eine Lateralkraftkomponente relativ zur lokalen Probenoberfläche zerlegt (Koordinatensystem nach Bild 2.5a). Die Oberflächentopographie kann durch die Funktion der Steigungen  $s(x,y)$  dargestellt werden, wobei  $s_x$  und  $s_y$  jeweils den partiellen Ableitungen  $\delta h/\delta x$  und  $\delta h/\delta y$  entsprechen. Die lokale Oberfläche wird durch eine von den Einheitsvektoren  $\vec{t}_x$  und  $\vec{t}_y$  aufgespannten Ebene beschrieben, deren Oberflächennormale mit dem Einheitsvektor  $\vec{n}$  gegeben ist:

$$\vec{t}_x = \frac{(1, 0, s_x)}{\sqrt{s_x^2 + 1}}, \quad \vec{t}_y = \frac{(0, 1, s_y)}{\sqrt{s_y^2 + 1}}, \quad \vec{n} = \frac{(-s_x, -s_y, 1)}{\sqrt{s_x^2 + s_y^2 + 1}} \quad (2.21)$$

Weiterhin wird davon ausgegangen, daß die Bewegungsrichtung der Spitze bezüglich der Probenoberfläche entspricht. Unter diesen Voraussetzungen kann die Kraft  $\vec{F} = f(F_x, F_y, F_z)$  für die Bewegung in  $\pm x$ -Richtung (Normalmode, vgl. Bild 2.3) mit

$$\begin{aligned} \vec{F} &= F_N \cdot \vec{n} - F_A \cdot \vec{z} - (\pm F_R) \cdot \vec{t}_x \\ &= F_N \cdot \vec{n} - F_A \cdot \vec{z} - (\pm \mu \cdot F_N) \cdot \vec{t}_x \end{aligned} \quad (2.22)$$

bzw. für die Bewegung in  $\pm y$ -Richtung (Parallelmode, vgl. Bild 2.3) mit

$$\begin{aligned} \vec{F} &= F_N \cdot \vec{n} - F_A \cdot \vec{z} - (\pm F_R) \cdot \vec{t}_y \\ &= F_N \cdot \vec{n} - F_A \cdot \vec{z} - (\pm \mu \cdot F_N) \cdot \vec{t}_y \end{aligned} \quad (2.23)$$

beschrieben werden, wobei  $\vec{z}$  der Einheitsvektor in z-Richtung ist. Ferner wird die Normalkraft  $F_N$  durch die Summe der vom Cantilever aufgeprägten Auflagekraft  $F_L$  und der Adhäsionskraft  $F_A$  dargestellt. In erster Näherung folgt somit für den Normalmode

$$F_x = -(F_L + F_A) \cdot (s_x \pm \mu) \quad (2.24)$$

$$F_y = -(F_L + F_A) \cdot s_y \quad (2.25)$$

und für den Parallelmode

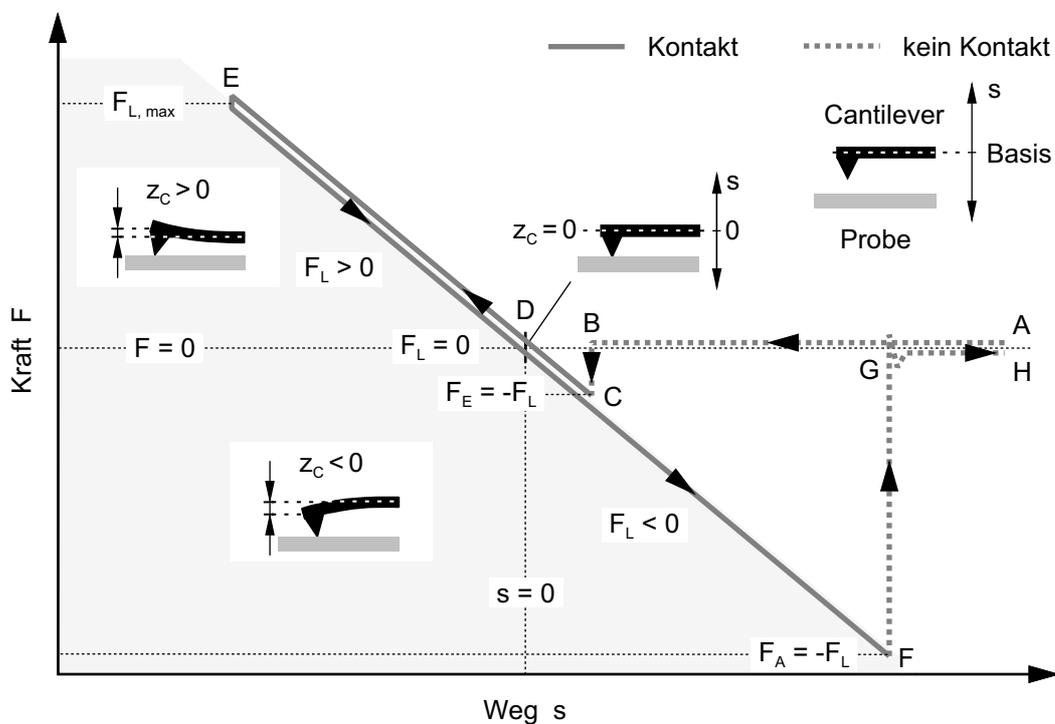
$$F_x = -(F_L + F_A) \cdot s_x \quad (2.26)$$

$$F_y = -(F_L + F_A) \cdot (s_y \pm \mu) \quad (2.27)$$

Aus den angeführten Gleichungen wird deutlich, daß neben den reibungsbedingten Anteilen auch die Oberflächentopographie erheblichen Einfluß auf die Messung der Lateralkraft haben kann. Der Vergleich von in entgegengesetzter Bewegungsrichtung aufgezeichneten Topographie- bzw. Lateralkraftbildern ermöglicht hierbei zwischen topographie- und reibungsbedingten Wechselwirkungen zu unterscheiden [120, 121].

### 2.2.3 Kraftspektroskopie

Unter dem Begriff der Kraftspektroskopie lassen sich die mit einem Rasterkraftmikroskop (RKM) realisierbaren Meßverfahren zusammenfassen, die eine direkte Abbildung der abstandsabhängigen Kraftwechselwirkungen zwischen Sondenspitze und Probenoberfläche ermöglichen. Für die Messung statischer Wechselwirkungen werden sog. **Kraft-Weg-Kurven** (F-s-Kurven; 'Force-Separation Curve', FSC) aufgezeichnet. Dazu wird der Cantilever definiert an die Probe herangeführt bzw. von ihr entfernt. Gleichzeitig wird die Auslenkung am freien Cantileverende  $z_C$  relativ zur Cantileverbasis und damit die Kraft zwischen Spitze und Probe registriert. Der schematische Verlauf einer F-s-Kurve wird im **Bild 2.6** dargestellt. Auf der Ordinate ist die Kraft  $F$ , die über die Beziehung  $F = k_C z_C$  mit der Cantileverauslenkung verbunden ist, aufgetragen. Auf der Abszisse ist der Weg  $s$ , um den die Cantileverbasis relativ zur Probenaufgabe bewegt wird, dargestellt.



**Bild 2.6:** Schematische Darstellung einer Kraft-Weg-Kurve.

Im ersten Halbzyklus der Messung (Vorlauf) erfolgt die kontinuierliche Annäherung der Spitze an die Probe (in Bild 2.6 von rechts nach links) ausgehend vom Punkt A, bei dem der Abstand zwischen Spitze und Probe sehr groß ist und daher keine Wechselwirkungen registriert werden ( $z_C = 0$ ,  $F = 0$ ). Mit Verringerung des Spitze-Probe Abstandes wird am Punkt B die Spitze z.B. aufgrund von langreichweitigen attraktiven Kräften wie der van der Waals-Kraft zur Oberfläche hingezogen. Dieser sog. Einsprung ('Jump-In') erfolgt, wenn der Gradient der anziehenden Kraft  $dF/ds$  zwischen Spitze und Probe den Gradienten der rücktreibenden Federkraft des Cantilevers bzw. dessen Federsteifigkeit  $k_C$  übersteigt ( $dF/ds \geq k_C$ ). Die Auslenkung  $z_C$  des Cantilevers wird hierbei negativ. Im Punkt C werden neben den attraktiven gleichzeitig auch repulsive Kräfte (z.B. aus der Überlappung der Elektronenorbitale) wirksam und es kann von einem Kontakt zwischen Spitze und Probe gesprochen

werden. Die Einsprungkraft  $F_E$  (‘Jump-In Force’) bestimmt sich aus der zugehörigen Cantileverauslenkung im Punkt C gemäß

$$F_E = -k_C z_C \quad (2.28)$$

Im Punkt D ist die Auslenkung  $z_C = 0$ . Damit befinden sich anziehende und abstoßende Kräfte im Gleichgewicht und die Summe der auf den Cantilever einwirkenden Kräfte ist null. Der zugehörige Weg  $s$  am Punkt D wird zu  $s = 0$  definiert [125]. Diese Festlegung erweist sich insofern als sinnvoll, weil damit ein neutraler Bezugspunkt für den Vergleich unterschiedlicher  $F$ - $s$ -Kurven festgelegt wird. Unter der Voraussetzung, daß keine plastischen oder elastischen Verformungen im Kontakt auftreten, entspricht die positive Cantileverauslenkung  $z_C$  mit Überschreitung von D dem Betrag der vorgegebenen Wegänderung. Die im Kontakt extern durch den Cantilever aufgebrachte Auflagekraft  $F_L$  ergibt sich mit  $z_C = -s$  zu

$$F_L = k_C z_C \quad (2.29)$$

Im Punkt E ist die vorgegebene maximale Auflagekraft  $F_{L, \max}$  erreicht und der zweite Halbzcyklus der  $F$ - $s$ -Messung (Rücklauf) wird mit der Richtungsumkehr der Cantileverbewegung eingeleitet (in Bild 2.6 von links nach rechts). Unter den o.g. Voraussetzungen entspricht der Kurvenverlauf vom Punkt E zurück zum Punkt D dem Verlauf von D nach E im Vorlauf. Mit Unterschreitung des Kräftegleichgewichts bei  $s = 0$  bzw.  $F = 0$  wird ein Kontakt zwischen Spitze und Probe durch attraktive Adhäsions- und/oder Kapillarkräfte zwischen den Oberflächen aufrechterhalten mit der Folge, daß die Rückstellkraft des Cantilevers diesen Kräften entgegenwirkt. Die zugehörige Auslenkung  $z_C$  bzw. die extern aufgebrachte Auflagekraft ist hierbei negativ ( $z_C < 0$ ,  $F_L < 0$ ). Der Kontakt zwischen Spitze und Probe bleibt solange bestehen, bis im Punkt F die Rückstellkraft des Cantilevers die Summe der attraktiven Kräfte übersteigt. Es kommt zum Kontaktabriß (‘Pull-Off’), woraufhin der Cantilever im Punkt G wieder seine kräftefreie Ruhelage mit  $z_C = 0$  bzw.  $F = 0$  einnimmt. Die statische Abrißkraft  $F_A$  (‘Pull-Off Force’) die an diesem Punkt vom Betrag gleich der Auflagekraft  $F_L$  ist, dieser jedoch entgegen wirkt ( $F_L = -F_A$ ), wird durch die Auslenkung  $z_C$  im Punkt F bestimmt:

$$F_A = -k_C z_C \quad (2.30)$$

Dabei ist  $z_C$  gleich dem zwischen den Punkten D und F zurückgelegtem Weg in der Rücklaufkurve (‘Break-Free-Length’). Mit Erreichen des Ausgangsweges bei Punkt H ist der Meßvorgang abgeschlossen.

Wird die Kraft nicht über dem vorgegebenen Weg  $s$ , sondern über dem tatsächlichen Abstand  $d_{SP}$  zwischen Spitzen- und Probenoberfläche aufgetragen, so entspricht diese Darstellung einer Kraft-Abstands-Kurve ( $F$ - $d$ -Kurve; ‘Force-Distance Curve’, FDC)<sup>†</sup>.

Die Methode der Kraft-Weg-Messung kann zur Bestimmung elastischer und plastischer Eigenschaften der Oberflächen bzw. zur Charakterisierung von Oberflächenschichten eingesetzt werden [37, 38, 126, 127]. Informationen zur lokalen Oberflächennachgiebigkeit  $dF/dz$  sind mit speziellen Modulationsverfahren meßbar [128, 129]. Für weitergehende Interpretationen von Kraft-Weg- bzw. Kraft-Abstands-Kurven bei unterschiedlichen Wechselwirkungskräften, Materialeigenschaften und Umgebungsbedingungen wird an dieser Stelle auf entsprechende Literatur [42, 109, 125, 130-132] verwiesen.

<sup>†</sup> In der Literatur werden die Begriffe ‘Force-Separation’ bzw. ‘Force-Distance Curve’ uneinheitlich verwendet. Die hier gewählte Zuordnung ist daher nicht zwingend, setzt sich aber zunehmend durch.



# 3. Versuchsmaterialien und experimentelle Methoden

## 3.1 Versuchsmaterial und Probenpräparation

### 3.1.1 Silicium-Einkristall

Für die Untersuchungen am Silicium wurde das Wafermaterial der Silicium-Cantilever verwendet. Dabei handelte es sich um einkristallines Silicium (Fa. Nanoprobe bzw. Fa. L.O.T.-Oriol). Die kristallographische Orientierung der Oberflächen war parallel zur (100)-Ebene und entsprach damit der Oberflächenorientierung der zu den Messungen eingesetzten Siliciumspitzen. In **Tabelle 3.1** und **Tabelle 3.2** sind Eigenschaftskennwerte von Silicium bzw. des Silicium-Probenmaterials aufgeführt.

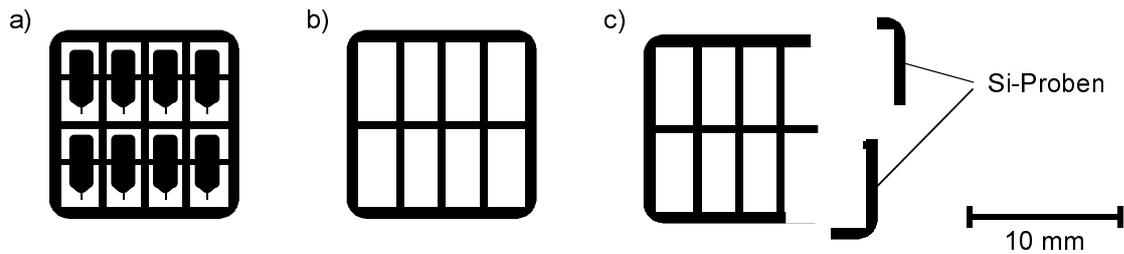
Kristallstruktur	kubisch (Diamant)
Dichte $\rho$ (bei 20°C) in g/cm <sup>3</sup>	2,331
Elastizitätsmodul E in GPa	166
Schubmodul G in GPa	80
Poisson-Zahl $\nu$	0,22

**Tabelle 3.1:** Eigenschaftskennwerte von Silicium (nach [63, 133]).

Gefüge	einkristallin
kristallographische Oberflächenorientierung	(100)
Dotierung	n <sup>+</sup>
spezifischer elektrischer Widerstand $\zeta_{\text{el}}$ in $\Omega\text{cm}$	0,01-0,02

**Tabelle 3.2:** Eigenschaftskennwerte des Silicium-Probenmaterials (lt. Herstellerangaben).

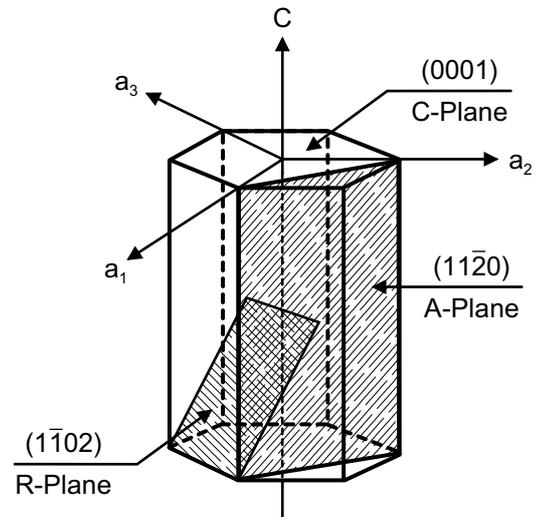
Zur Probenpräparation wurden nach dem Entfernen der Cantilever aus dem Wafer die zurückbleibenden Stege in kleine Stücke von etwa 5 mm x 1 mm x 0,5 mm Größe gebrochen (**Bild 3.1**). Falls notwendig wurden zur Entfernung von kleineren losen Partikeln die Proben mittels synthetischer Druckluft abgeblasen. Eine spezielle Reinigung der Oberflächen erfolgte nicht. Vor den Versuchen unter Variation der relativen Luftfeuchte wurden die Proben für ca. 24 Stunden in einem evakuierten Exsikkator gelagert.



**Bild 3.1:** Präparation der Siliciumproben: a) Si-Cantilever-Wafer, b) Waferstruktur nach Entfernung der Cantilever, c) Herausbrechen der Si-Proben.

### 3.1.2 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Einkristall (Saphir)

Für die Untersuchungen an Aluminiumoxidoberflächen wurden einkristalline Saphirproben (Fa. Kristallhandel Kelpin) verwendet. Dabei handelte es sich um hochreines  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  das im sog. HEM-Verfahren (**H**eat **E**xchanger **M**ethod) [134] hergestellt wurde. Die vollständig transparenten Proben wiesen Abmessungen von 10 mm x 10 mm x 1 mm auf. Die quadratischen Deckflächen waren parallel zu den kristallographischen Ebenen (0001),  $(11\bar{2}0)$  bzw.  $(\bar{1}\bar{1}02)$  orientiert (**Bild 3.2**). Im Anlieferungszustand wiesen die Proben eine als EPI-Politur bezeichnete Oberflächenqualität auf, mit der vom Hersteller eine Rauheit von  $R_a < 30$  nm garantiert wurde. In **Tabelle 3.3** und **Tabelle 3.4** sind Eigenschaftskennwerte von Saphir bzw. des Saphirprobenmaterials aufgeführt.



**Bild 3.2:** Lage und Bezeichnung der Saphiroberflächen bzgl. der hexagonalen Einheitszelle.

Zur Kennzeichnung der verschieden orientierten Saphire werden im Weiteren die im Bild 3.2 dargestellten Probenbezeichnungen C-, A- und R-Plane verwendet.

Um die Saphiroberflächen zu reinigen, wurden in Vorversuchen Lösungsmittel wie Azeton, Isopropanol oder Ethanol eingesetzt. Aus RKM-Messungen an den so behandelten Proben wurde deutlich, daß damit keine rückstandsfreien Oberflächen realisierbar waren. Deshalb wurde dazu übergegangen, die Proben einer Wärmebehandlung zu unterziehen.

Zur Probenherstellung wurden die Saphire mit Hilfe einer Diamantdrahtsäge in ca. 3 mm x 3 mm große Stücke geteilt, mit Isopropanol und Azeton gereinigt und anschließend in einem Kammerofen an Luft bei 1500°C und einer Haltezeit von ca. 5 Stunden getempert. Die für den Temperprozeß verwendete Aufheiz- bzw. Abkühlrate lag bei 600°C/h. Zum Schutz vor Verunreinigungen aus der Ofenatmosphäre befanden sich die Saphirproben in einem abgedeckten  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schiffchen. Die getemperten Saphirproben wurden anschließend bis zu den RKM-Messungen in einem evakuierten Exsikkator aufbewahrt.

Kristallstruktur ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ )	hexagonal-rhomboedrisch
Dichte $\rho$ (bei 20°C) in $\text{g/cm}^3$	3,98
Elastizitätsmodul $E$ in GPa (C-Plane)	450
Poisson-Zahl $\nu$	0,257

**Tabelle 3.3:** Eigenschaftskennwerte von Saphir (nach [63, 85, 135]).

Gefüge	einkristallin
kristallographische Oberflächenorientierung der Probendeckflächen	(0001), C-Plane (11 $\bar{2}$ 0), A-Plane (1 $\bar{1}$ 02), R-Plane
Orientierungsabweichung	max. $\pm 0,5^\circ$
Reinheit in %	99,99
Oberflächenqualität	beidseitig EPI-poliert

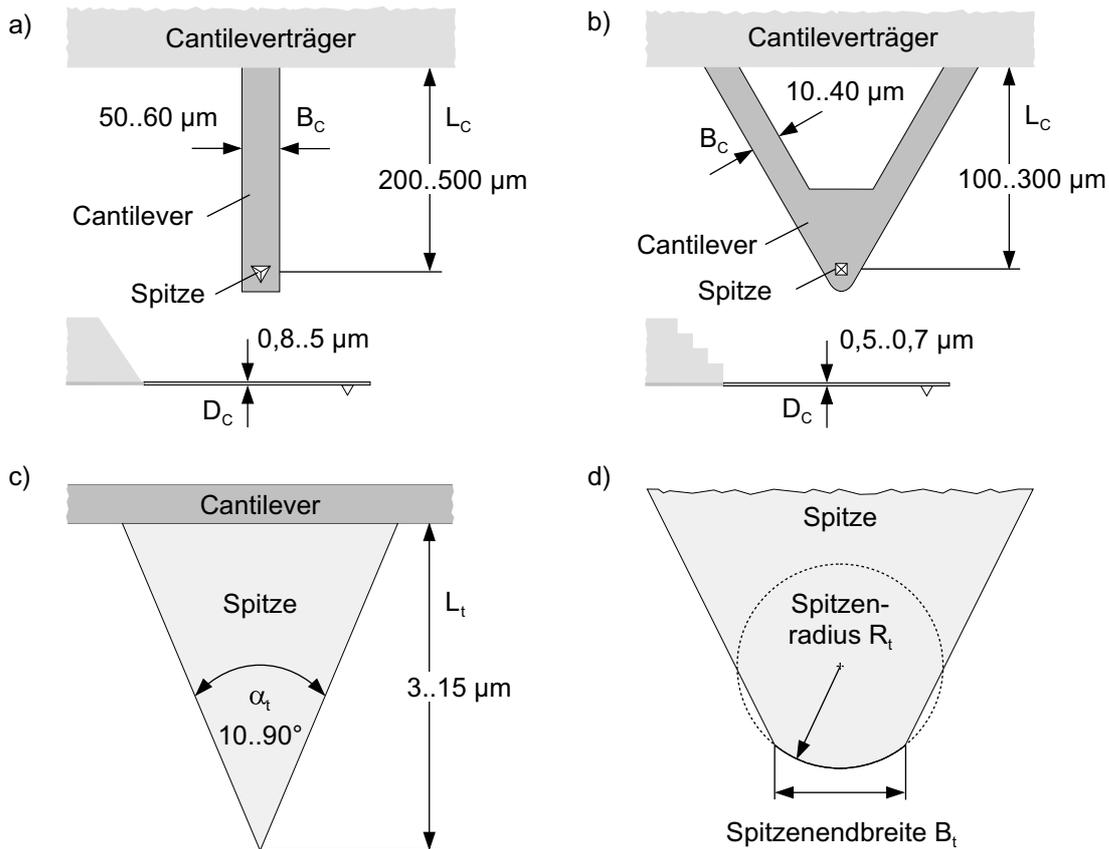
**Tabelle 3.4:** Eigenschaftskennwerte des Saphir-Probenmaterials (lt. Herstellerangaben).

### 3.1.3 Sondenspitzen

Für die rasterkraftmikroskopischen Untersuchungen wurden Cantilever mit integrierter Sondenspitze aus einkristallinem Silicium (Fa. Nanoprobe bzw. Fa. L.O.T.-Oriol) verwendet, die eine Balkengeometrie mit rechteckigem Querschnitt aufwiesen (zu Eigenschaftskennwerten von Silicium vgl. Tabelle 3.1 und Tabelle 3.2). Die Spitzenendflächen wiesen eine kristallographische Orientierung parallel zur (100)-Ebene auf. Weiterhin wurden V-förmige, vormontierte  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Standard-Cantilever (Fa. TopoMetrix) mit pyramidenartiger Spitzengeometrie zur Topographiemessung eingesetzt. Die Kennwerte der verwendeten Si- und  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Cantilever sind in **Tabelle 3.5** zusammengefasst. Im **Bild 3.3** werden die Cantilevergeometrien schematisch dargestellt und wichtige Bestimmungsgrößen definiert.

Kennwert	Si-Typ I	Si-Typ II	Si-Typ III	$\text{Si}_3\text{N}_4$
Cantileverlänge $L_C$ in $\mu\text{m}$	220..245	240	445	125..250
Cantileverbreite $B_C$ in $\mu\text{m}$	50..57	60	60	10..40
Cantileverdicke $D_C$ in $\mu\text{m}$	0,8..1,7	4,5..4,7	2,1..2,2	0,5..0,7
Federkonstante $k_C$ in N/m	0,1..0,8	15..18	0,2..0,3	0,03..0,6
Resonanzfrequenz $f_C$ in kHz	20..40	103..110	15	17..66
Spitzenlänge $L_t$ in $\mu\text{m}$	10..15			3..4
Öffnungswinkel $\alpha_t$ in $^\circ$	40..60, < 10 am Spitzenende			70..90
Spitzenradius $R_t$ in nm	< 10			50

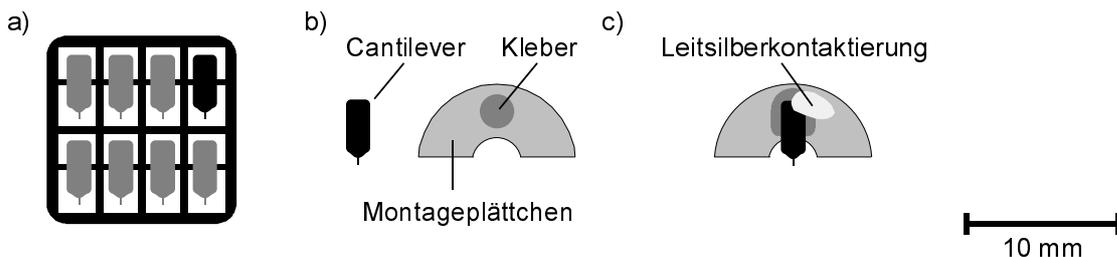
**Tabelle 3.5:** Kennwerte der Si- und  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Cantilever (nach Herstellerangaben).



**Bild 3.3:** Cantilevergeometrien, Abmessungen und Bestimmungsgrößen:  
 a) balkenförmiger Si-Cantilever, b) V-förmiger  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Cantilever,  
 c) Spitzenlänge und -öffnungswinkel, d) Spitzenradius und Spitzenendbreite.

Zur Charakterisierung der Spitzenendgeometrie beanspruchter Sondenspitzen wurde statt des Spitzenradius  $R_t$  die im Bild 3.3d definierte Spitzenendbreite  $B_t$  herangezogen. Unter der Endbreite wird hierbei der Abstand zwischen dem linken und rechten Übergangspunkt vom geraden Kantenverlauf hin zur Krümmung am Spitzenende verstanden.

Für den Einsatz im RKM war es notwendig, die Si-Cantilever an einem halbkreisförmigen Montageplättchen aus nickelbeschichtetem Stahl zu befestigen (**Bild 3.4**). Die Cantilever wurden dazu aus dem angelieferten Wafer herausgebrochen und mittels eines Zweikomponentenklebers (UHU plus endfest 300 oder Varian Torr Seal) aufgeklebt. Nach Aushärtung des Klebers erfolgte eine Leitsilberkontaktierung des Montageplättchens mit dem Cantileverträger, um evtl. auftretende elektrostatische Ladungen abzuleiten.



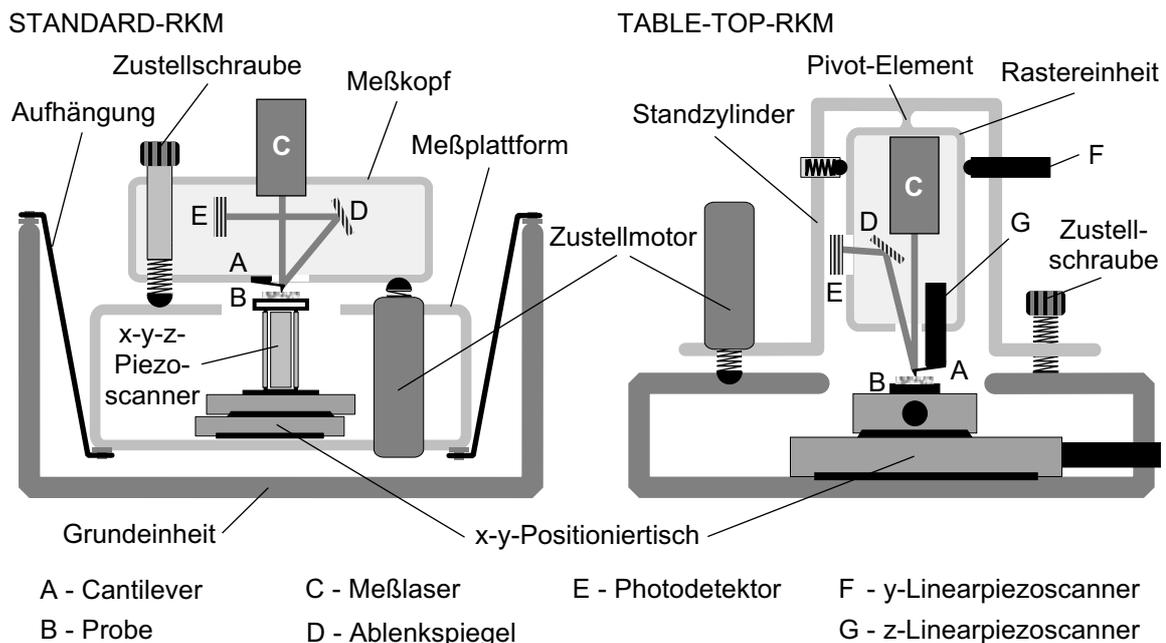
**Bild 3.4:** Präparation der Silicium-Cantilever: a) Si-Cantilever-Wafer, b) herausgelöster Cantilever und präpariertes Montageplättchen, c) Leitsilberkontaktierung.

## 3.2 Experimentelle Methoden

### 3.2.1 Standard- und Table-Top-RKM

Zur Durchführung der experimentellen Untersuchungen standen zwei kommerzielle Rasterkraftmikroskope (TMX 1000 und TMX 2000, Fa. TopoMetrix) zur Verfügung, die zur Messung der Cantileverauslenkung nach dem Reflexionsprinzip<sup>†</sup> arbeiteten. Beide Mikroskope wurden mit Hilfe einer elektronischen Steuereinheit betrieben, die für die Verarbeitung der analogen Meßsignale zwei Analog-Digital-Wandler mit einer Auflösung von jeweils 14-Bit pro 10 V Eingangsspannung bereitstellte. Die Ansteuerung der Hochspannungsverstärker für die Piezoaktuatoren (Scanner) erfolgte durch drei Digital-Analog-Wandler mit je 16-Bit Auflösung. Meßdatenerfassung, Signalverarbeitung und Steuerung wurden rechnergestützt durch einen speziellen Signalprozessor realisiert. Ein zusätzlich angeschlossenes Zwei-Kanal-Oszilloskop diente der Überprüfung der Steuer- und Meßsignale des Systems.

Das **Standard-RKM** (TMX 2000 Discover) setzte sich aus drei Baugruppen zusammen. Innerhalb der Grundeinheit befand sich an einer Dreipunktaufhängung die Meßplattform auf welcher der RKM-Meßkopf angeordnet war (**Bild 3.5**).



**Bild 3.5:** Schematischer Aufbau des Standard- und des Table-Top-RKM.

Die Aufhängung der Meßplattform war als Schwingungsdämpfung ausgelegt und wies eine Resonanzfrequenz von 3-5 Hz auf. In die Meßplattform war eine x-y-Positioniereinheit integriert, die eine Grobpositionierung in der x-y-Ebene von ca. 7 mm x 7 mm mit einer minimalen Schrittweite von 50 nm ermöglichte. Auf der Positioniereinheit war der x-y-z-Piezo-scanner montiert, durch den die Feinpositionierung und die Rasterbewegungen realisiert wurden (**Tabelle 3.6**). Am oberen Ende des Piezoscanners war ein Magnet eingelassen, der die auf einem Metallplättchen zu befestigende Probe fixierte. Zur Messung wurde der RKM-

<sup>†</sup> vgl. Kapitel 2.2: 'Meßmethoden'

Meßkopf auf die Deckplatte der Meßplattform aufgesetzt. Der Meßkopf beinhaltete neben dem magnetisch gehaltenen Cantilever, den Meßlaser (optische Wellenlänge ca. 670 nm), den Ablenkspiegel und den Quadrantenphotodetektor sowie die Justageeinrichtungen.

Scannertyp	Rasterbereich in x-y-Richtung (lateral)	Wegauflösung	Rasterbereich in z-Richtung (vertikal)	Wegauflösung
1 µm Tubescanner	1 µm	0,015 nm	1,1 µm	0,016 nm
10 µm Tubescanner	10 µm	0,15 nm	9 µm	0,13 nm
75 µm Tripodscanner	75 µm	2,25 nm	9,5 µm	0,63 nm

**Tabelle 3.6:** Parameter der mit dem Standard-RKM verwendeten Piezoscanner.

Die Ausrichtung und Grobannäherung des RKM-Meßkopfes relativ zur Probe erfolgte über zwei mechanische Feingewindeschrauben und einen in der Meßplattform integrierten Zustellmotor, mit dessen Hilfe auch die programmgesteuerte automatische Feinannäherung bis zum Probenkontakt durchgeführt wurde. Ergänzt wurde das System durch eine optische Beobachtungseinheit (CCD-Kamera und Videomonitor), die eine Kontrolle von Probe und Cantilever unter einem Blickwinkel von 45° in 100-200-facher Vergrößerung gestattete. Durch die Konstruktion des RKM-Meßkopfes waren die lateralen Probenabmessungen auf einen Durchmesser von ca. 10 mm begrenzt, wobei die maximale Höhe bei 3 mm lag. Da beim Standard-RKM zur Rasterung die Probe bewegt wurde, war es notwendig, zur Messung die Probenoberfläche möglichst planparallel zur x-y-Bewegungsebene auszurichten. Ein Ausgleich der Probenneigung am Gerät war nicht gegeben. Für Messungen in Flüssigkeiten stand eine am RKM-Meßkopf anzubringende Flüssigmeßzelle zur Verfügung.

Beim **Table-Top-RKM** (TMX 1000 Explorer) handelte es sich um ein sog. Stand-Alone-Gerät. Im Gegensatz zum Standard-RKM konnte dieses Rasterkraftmikroskop über fast jeder Probengeometrie angeordnet und betrieben werden (Bild 3.5). Die innere Rastereinheit, die über ein Pivot-Element mit dem Standzylinder verbunden war, wurde durch zwei Linearpiezoscanner (**Tabelle 3.7**) in x- bzw. y-Richtung ausgelenkt.

Scannertyp	Rasterbereich in x-y-Richtung (lateral)	Wegauflösung	Rasterbereich in z-Richtung (vertikal)	Wegauflösung
150 µm xy-Linearscanner	150 µm	5,5 nm	-/-	-/-
10 µm z-Linearscanner	-/-	-/-	9 µm	0,6 nm

**Tabelle 3.7:** Parameter der mit dem Table-Top-RKM verwendeten Piezoscanner.

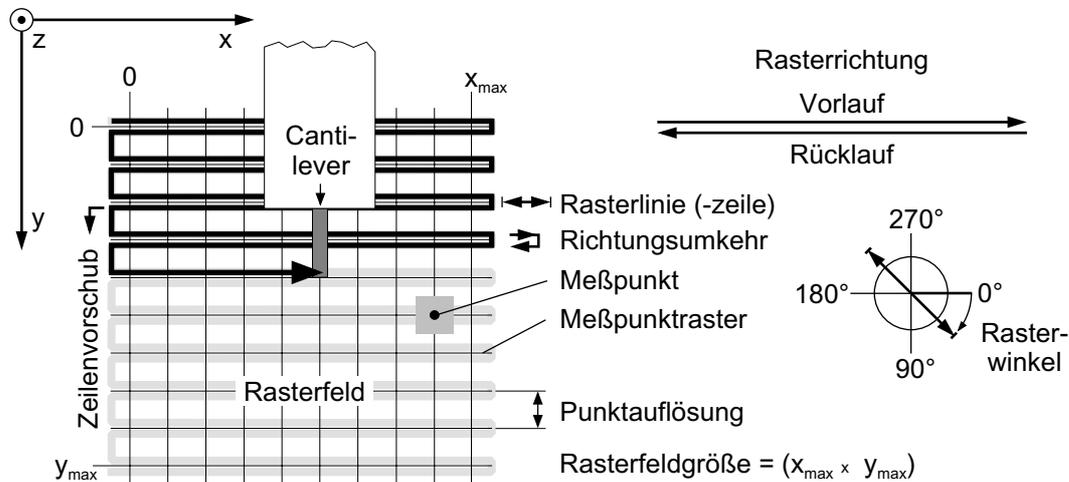
Innerhalb der Rastereinheit befanden sich der Meßlaser, der Ablenkspiegel und der z-Linearscanner (Tabelle 3.7), an dessen unterem Ende der Cantilever magnetisch fixiert wurde. Der Photodetektor war an der Innenseite des Standzylinders angeordnet. In der Basisplatte des Standzylinders waren zwei Zustellschrauben und ein Zustellmotor integriert, auf denen das RKM stand. Damit wurde die Grob- und Feinannäherung des Cantilevers an die Probe und ein vollständiger Ausgleich der Probenneigung relativ zur x-y-Bewegungsebene der Rastereinheit durchgeführt. Die Kontrolle von Cantilever und Probe unter einem Blickwinkel von 45° bei 150-facher Vergrößerung wurde durch eine optische Beobachtungseinheit gewährleistet.

Für die **Probenpositionierung** unterhalb des Table-Top-RKM stand ein einfacher, mittels Feingewindeschrauben von Hand zu bedienender x-y-Kreuztisch zur Verfügung. Ein zweiter Positioniertisch wurde für den Einsatz in einer Klimakammer aufgebaut und setzte sich aus zwei von Linearmotoren angetriebenen Mikropositioniereinheiten zusammen. Der maximale Verfahrweg in x- bzw. y-Richtung betrug 15 mm bei einer Einzelschrittweite von ca. 60 nm. Zur Unterbringung wurde ein zweiteiliges massives Stahlgehäuse angefertigt, wobei besonderer Wert auf die mechanische Stabilität und eine hohe Eigenresonanzfrequenz der Deckplatte, die das RKM trug, gelegt wurde. Mit diesem Positioniertisch waren präzise Wegeinstellungen und eine gute Reproduzierbarkeit der Probenposition ( $\pm 120$  nm) möglich.

Messungen unter definierten Umgebungsbedingungen wurden in einer **Klimakammer** aus Plexiglas durchgeführt, die den Positioniertisch und das Table-Top-RKM aufnahm. Die Kammer setzte sich aus einem Zylinder ( $\varnothing$  300 mm, Höhe 280 mm), einer Grund- und einer Deckplatte zusammen. Beide Platten waren jeweils mit einer VITON-Dichtung versehen, die in den Zylinder eingepaßt wurden. In der Grundplatte waren die Kabel- und Gaszuführungen integriert. Zur Messung der relativen Luftfeuchte und der Temperatur innerhalb der Kammer wurde in Höhe der Probenposition ein kombinierter Feuchte- und Temperatursensor installiert. Die Einstellung der relativen Luftfeuchte erfolgte unter geregelter Zuführung trockener bzw. mit deionisiertem Wasser angefeuchteter synthetischer Luft (80 Vol.% O<sub>2</sub>, 20 Vol.% N<sub>2</sub>). Mit Hilfe eines 2-Punkt-Feuchtereglers konnten Feuchten von bis zu 70 % r.F. auf  $\pm 0,5$  % r.F. zuverlässig eingestellt werden.

Für Untersuchungen bei Temperaturen  $> RT$  wurde für das Table-Top-RKM ein spezieller **Probenheiztisch** entwickelt. Dieser bestand aus einem keramischen Sensorheizelement (Fa. Roth, Abmessungen: L x B x H = 38 x 4 x 0,5 mm<sup>3</sup>, das auf einer Seite mit einem ringförmigen Platin-Dünnschichtheizer (elektrische Widerstandsheizung) von 4 mm Durchmesser versehen war. Die maximale Betriebstemperatur wurde mit ca. 1000°C angegeben. Das Heizelement wurde mit Keramikkleber auf einer Zirkonoxidplatte freitragend aufgeklebt und in dieser Konfiguration zum Betrieb im RKM auf dem Positioniertisch angeordnet. Die Probe wurde im aktiven Bereich der Widerstandsheizung aufgelegt. Die Einstellung der Temperatur erfolgte durch Änderung der Heizspannung, die von einer Konstantspannungsquelle bereitgestellt wurde. Zur Erstellung von Temperatureichkurven in Abhängigkeit von der Heizspannung wurde ein temperaturabhängiger Widerstand (Pt100) als Meßgeber eingesetzt, dessen Abmessungen den verwendeten Probengrößen entsprach. Die Eichung erfolgte bis zu einer Temperatur von 500°C, wobei eine Einstellgenauigkeit von  $\pm 1$  K ermittelt wurde. Um die Wärmebelastung des z-Piezoscanners zu begrenzen, wurde die maximale Einsatztemperatur im RKM auf 200°C festgelegt. Die thermisch bedingte relative Ausdehnung in z-Richtung nach einer Temperaturänderung lag bei 85 nm/K. Für den Aufheizprozeß war eine logarithmische Zunahme der Ausdehnung mit der Zeit zu beobachten. Ein stationärer Zustand wurde bei einer Temperaturänderung von  $\Delta T = 20$  K nach ca. 6-8 min erreicht.

Für die folgenden Erläuterungen werden im **Bild 3.6** die Lage und entsprechende Bezeichnungen der Richtungen und Rastergrößen am Beispiel eines Rasterfeldes von 10 x 10 Meßpunkten dargestellt. Dabei wird von einer Bewegung des Cantilevers relativ zur Probenoberfläche, die in der x-y-Ebene liegt, ausgegangen.



**Bild 3.6:** Koordinatensystem, Rastergrößen und Bezeichnungen.

### 3.2.2 Messung der Topographie

Die Auswahl der zur Topographiemessung verwendeten RKM-Konfiguration erfolgte anhand der Probenabmessung und der geforderten lateralen und vertikalen Ortsauflösung sowie den Anforderungen an die Umgebungsbedingungen. Für hochauflösende Topographien und Rasterfelder  $< 5 \mu\text{m}$  sowie für Messungen unter Flüssigkeiten wurde ausschließlich das Standard-RKM eingesetzt. Die Topographiemessungen wurden falls nicht speziell angegeben bei Raumtemperatur und Luftfeuchten von 30-60 % im 'Constant Force Mode' durchgeführt.

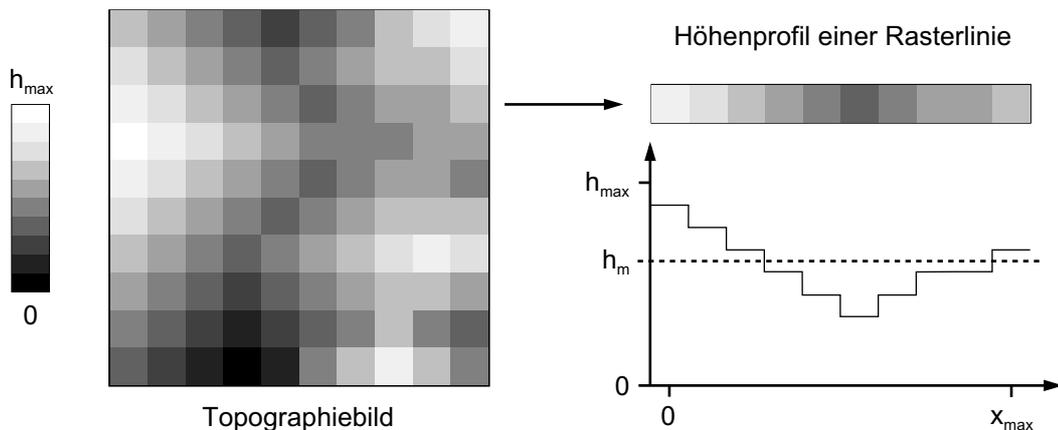
Der zur Messung im 'Constant Force Mode' notwendige Regelkreis wurde durch einem digitalen Proportional-Integral-Differential-Regler (PID-Regler) realisiert, der in jedem Meßpunkt des Rasterfeldes durch die Nachführung des z-Piezoscanners die Cantileverauslenkung im Spitze-Probe-Kontakt konstant hielt. Als Meßdaten wurden die jeweiligen Steuerspannungen  $U_z(x,y)$  des z-Piezoscanners aufgezeichnet und anschließend in eine Höhenangabe konvertiert. Eine Optimierung des Regelverhaltens erfolgte anhand des Sensorspannungssignals  $U_{O-U}$ , dessen Abweichungen vom Soll-Wert durch die Variation der PID-Parameter [136] und die Anpassung der Rastergeschwindigkeit minimiert wurden. Für die Rasterfrequenz (Anzahl der Rasterlinien pro Sekunde) wurde i.a. ein Wert von 5 Hz nicht überschritten. Die Auflagekraft war bei Topographiemessungen von untergeordneter Bedeutung und wurde hinsichtlich eines möglichst stabilen Sensorsignals gewählt. Die nominale Ortsauflösung (Punktauflösung) einer Messung ergab sich aus dem Verhältnis der Kantenlänge des vorgegebenen Rasterfeldes zur Anzahl der Meßpunkte (max. 500) pro Rasterlinie (vgl. Bild 3.6).

Zur Bestimmung lateraler Abmessungen wurden ausnahmslos Messungen in der Rasterrichtung  $+x$  (Vorlauf) verwendet (vgl. Bild 3.6), da eine Wegkorrektur piezobedingter Hystereseverzerrungen der x- und y-Scanner nur für diese Richtung und bei vordefinierten Raster-

bereichen vom Steuerprogramm unterstützt wurde. In vertikaler Richtung (z-Richtung) war keine Hysterese Korrektur gegeben. Zur Überprüfung und Eichung der lateralen Scannerlinearität im Bereich  $> 2 \mu\text{m}$  wurde ein Silicium-Testgitter verwendet, daß definierte Strukturen von 1 bis  $10 \mu\text{m}$  Durchmesser aufwies. Für die Wegkalibrierung in z-Richtung wurden mit einem Nanoindenter (FISCHERSCOP, Fa. Fischer) Vickershärteeindrücke in Metalle eingebracht und anschließend vermessen. Aus den bekannten Winkeln der Eindruckflanken bzgl. der vorab kalibrierten Lateralabmessungen konnte auf die Höhe geschlossen werden.

Für die Topographiemessungen wurden sowohl Si- als auch  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Cantilever bzw. -spitzen eingesetzt. Auswahlkriterium war hierbei die zu erwartende Oberflächenrauheit bzw. -struktur der Proben, da das topographische Abbildungsvermögen der Spitze durch deren Spitzenradius  $R_t$  und den Öffnungswinkel  $\alpha_t$  bestimmt wird. Während bei glatten Oberflächen mit Höhenkorruptionen im Nanometerbereich  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Cantilever verwendet werden konnten, waren für Messungen an strukturierten Oberflächen Si-Cantilever aufgrund ihres geringeren Öffnungswinkels im Spitzenendbereich deutlich besser geeignet.

Die Wiedergabe der Topographiemessungen erfolgte i.a. in einer flächenhaften Darstellung des Rasterfeldes, wobei die Höhe  $h$  relativ zum jeweiligen Minimalwert ( $h_{\min} = 0$ ) innerhalb des Feldes als Graustufenverteilung  $g(h)$  in der x-y-Ebene abgebildet wurde (**Bild 3.7**). Des weiteren wurden 3d-Darstellungen verwendet, die einen optisch plastischen Eindruck von Oberflächenstrukturen vermitteln sollten.



**Bild 3.7:** Schematische Darstellung einer Topographieabbildung und eines Höhenprofils.

Zur Charakterisierung von Oberflächentopographien wurden die in den Gleichungen 3.1-3.3 definierten Rauheitskennwerte herangezogen [137]. Dabei repräsentiert  $N$  bei einem Linienprofil jeweils die Anzahl der Meßpunkte pro Rasterlinie bzw. bei einem flächenbezogenen Rauheitskennwert die Gesamtzahl der Rasterpunkte des betrachteten Rasterfeldes.

Mittlere Profil- bzw. Topographiehöhe  $h_m$ :

$$h_m = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N h_i \quad (3.1)$$

Arithmetischer Mittenrauhwert  $R_a$ :

$$R_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |h_i - h_m| \quad (3.2)$$

Maximale Rauhtiefe  $R_{\max}$ :

$$R_{\max} = h_{\max} - h_{\min} \quad (3.3)$$

Falls notwendig wurden die Meßdaten vor der Auswertung mit üblichen Bildbearbeitungsroutinen (z.B. Ebenenabzug) aufbereitet. Insgesamt wurde jedoch darauf Wert gelegt, durch Optimierung der Meßbedingungen die Datenbearbeitung möglichst gering zu halten.

### 3.2.3 Messung der Reibungskraft

Zur Bestimmung der Reibungskraft zwischen Silicium- bzw. Saphir-Oberflächen im Gleitkontakt mit Silicium wurden Messungen mit dem Table-Top-RKM im 'Constant Force Mode' durchgeführt. Dazu kamen Siliciumcantilever mit Federkonstanten von 0,1 N/m bis 0,8 N/m als Gegenkörper zum Einsatz (Si-Typ I in Tabelle 3.5, Kap. 3.1.3). Die Vorgabe der zur Reibungskraftmessung durch den Cantilever aufzubringenden Auflagekraft  $F_L$  erfolgte durch Einstellung der Cantileverauslenkung  $z_C$  im statischen Kontakt, die über die Sensorspannung  $U_{O-U}$  (vgl. Bild 2.4, Kap. 2.2) kontrolliert wurde. Eine Abschätzung für  $F_L$  konnte näherungsweise mit der Beziehung  $dF_L/dU_{O-U} \approx (65 \text{ nm/V}) \cdot k_C$  aus der Sensorempfindlichkeit  $S_V$  bzgl. der Cantileverauslenkung und der Federkonstante  $k_C$  erfolgen (vgl. Gl. 2.3). Zur genauen Kalibrierung wurde anhand des Anstiegs  $dU_{O-U}/dz_P$  der Vorlauf-Kurve einer F-s-Messung<sup>†</sup> die Cantileverauslenkung  $z_C(U_{O-U})$  bestimmt und die Auflagekraft  $F_L$  gemäß der Gleichung  $F_L = k_C z_C$  errechnet. Für die Anwendung dieser Methode wird eine 'harte' Probe vorausgesetzt, was bei den untersuchten Materialien i.a. immer gegeben war.

Generell wurde zwischen Messungen im **Normal-** und im **Parallelmode**<sup>‡</sup> (Meßmode) unterschieden, deren zugehörige Rasterrichtungen im **Bild 3.8** schematisch dargestellt sind.

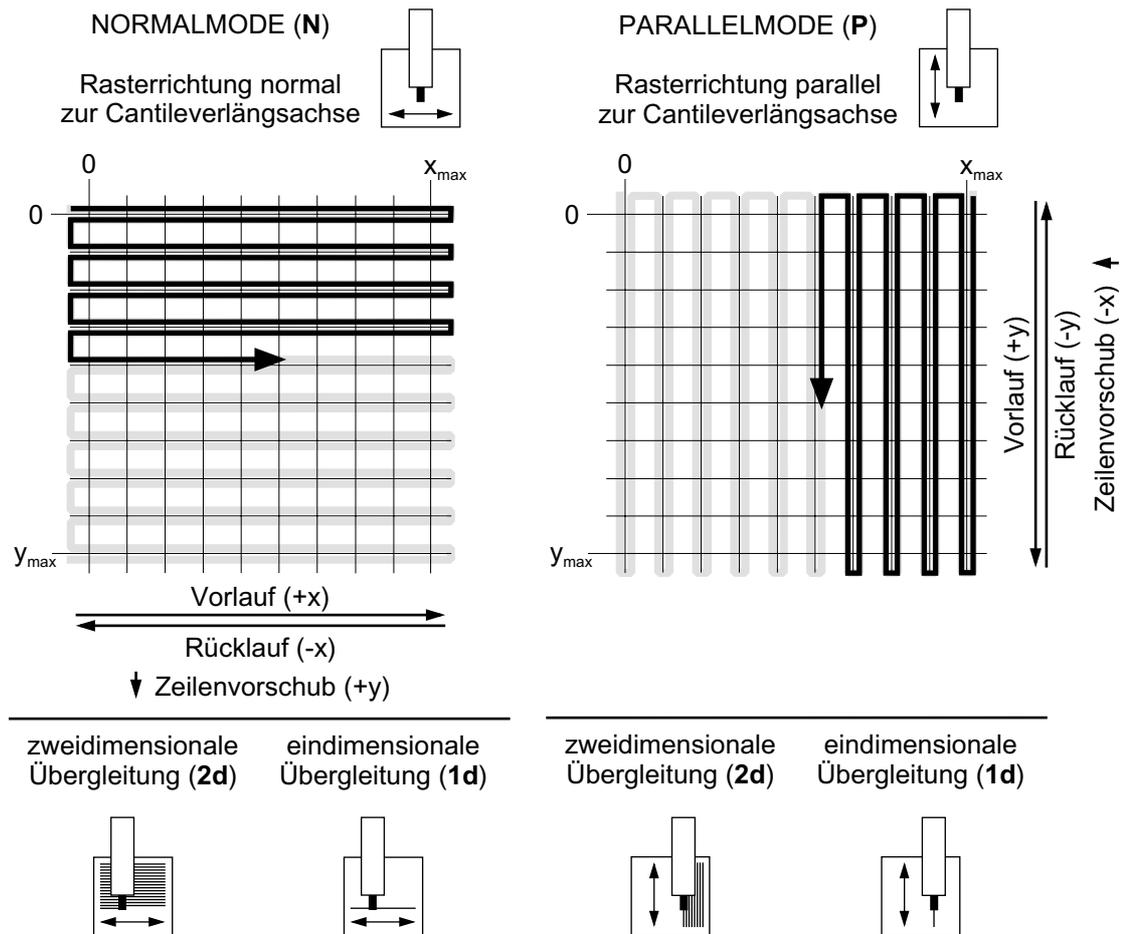
In beiden Meßmoden wurden Messungen in ein- bzw. zweidimensionaler Übergleitung (Rastermode) durchgeführt. Die zweidimensionale Übergleitung (2d-Mode) entsprach der üblichen Bildaufnahme des kompletten Rasterfeldes in der x-y-Ebene, wobei jede Rasterlinie im Vor- und Rücklauf abgetastet und somit zweimal überglitten wurde. Bei der eindimensionalen Übergleitung (1d-Mode) wurde dagegen unter Abschaltung des Zeilenvorschubes eine Rasterlinie mehrfach abgetastet (Bild 3.8).

Bei den Messungen im Normalmode wurde simultan jeweils getrennt nach Vor- und Rücklauf das Reibungskontrastbild  $U_{L-R}(x,y)$  (vgl. Gl. 2.4) und die zugehörigen Topographien aufgezeichnet. Die Messung der Reibungskraft im Parallelmode wurde auf die Messung der Topographiedifferenz zwischen der Vorlaufbewegung (+y -Richtung) und der Rücklaufbewegung (-y -Richtung) zurückgeführt, so daß in diesem Fall die entsprechenden Vor- und Rücklauf-topographien aufgenommen wurden. Zusätzlich sind zur Kontrolle des Regelverhaltens und zur Überprüfung der Torsionsauslenkung des Cantilevers stichprobenweise auch die Sensorspannungen  $U_{O-U}$  bzw.  $U_{L-R}$  registriert worden.

---

<sup>†</sup> vgl. Kapitel 2.2.3: 'Kraftspektroskopie' und 3.2.4: 'Messung von Kraft-Weg-Kurven'

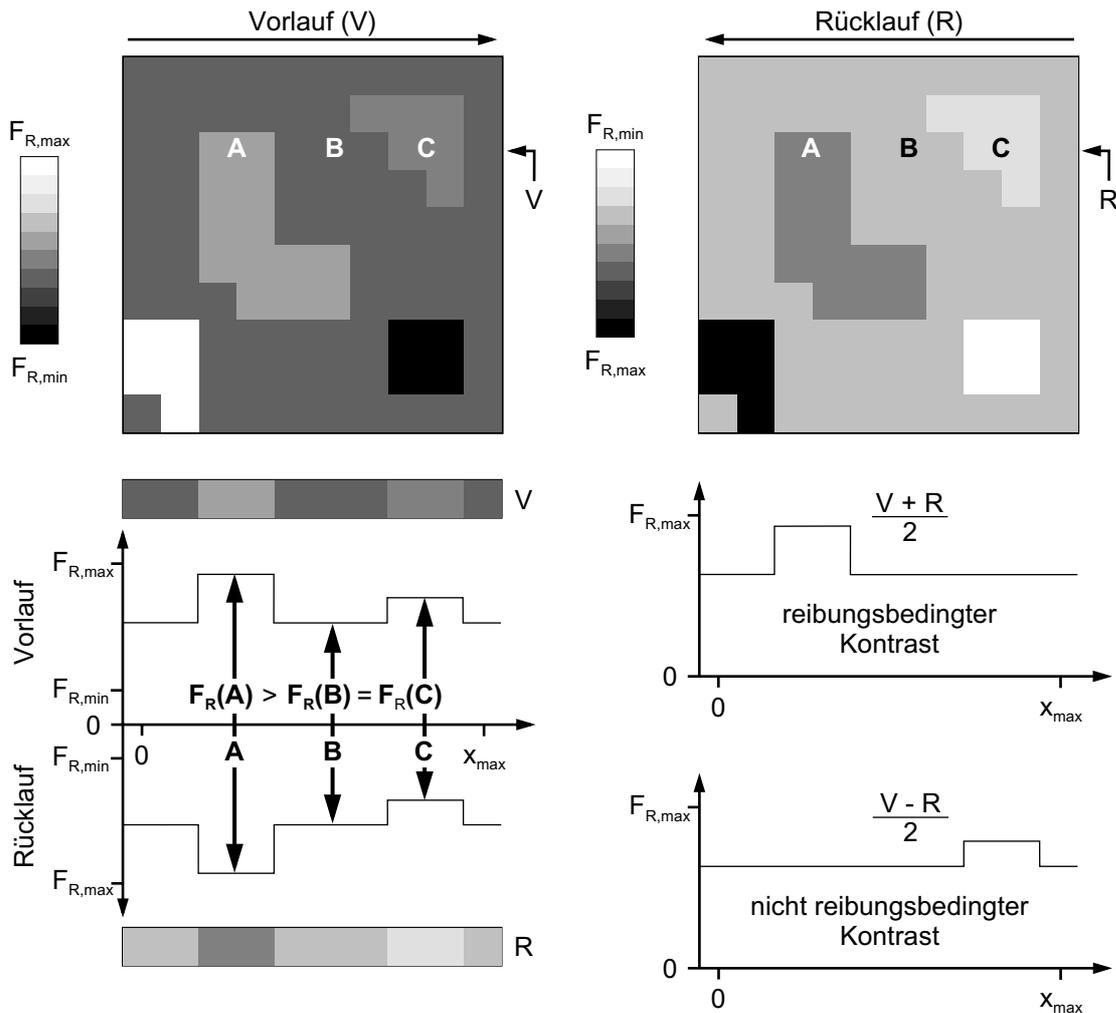
<sup>‡</sup> vgl. auch Kapitel 2.2.1: 'Reibungskraftmikroskopie'



**Bild 3.8:** Rasterrichtungen bei der Reibungskraftmessung im Normal- und Parallelmode.

Bei der **Auswertung der Reibungskraftmessungen** wurde zwischen einer qualitativen Bewertung und der quantitativen Berechnung der Reibungskraft unterschieden.

Zur **qualitativen Analyse** wurden die im Normalmode durchgeführten Messungen verwendet, wobei mit den im 2d-Mode aufgezeichneten Reibungskontrastbildern eine flächenhafte Abbildung der Verteilung der Reibungskraft  $F_R(x,y)$  gegeben war. Zur Darstellung wurde dem in einer Messung registrierten Reibungskraftbereich  $|F_{R,max} - F_{R,min}|$  eine Graustufenverteilung  $g(F_R)$  in der x-y-Ebene zugeordnet (**Bild 3.9**). Abhängig von der Rasterrichtung nimmt dabei in Vorlaufrichtung (+x) der Schwärzungsgrad innerhalb der Abbildung mit zunehmendem Betrag von  $F_R$  ab bzw. in der Darstellung der Rücklaufrichtung (-x) zu. Diese Konvention hatte den Vorteil, daß bei einer direkten Gegenüberstellung der Vor- und Rücklaufabbildung meßtechnisch bedingte Fehler wie z.B. Intensitätsschwankungen durch Laserinterferenzeffekte relativ einfach identifiziert werden konnten. Änderungen in der Reibungskraft spiegeln sich dabei ausschließlich in einer Kontrastumkehr wider (vgl. Bereich 'A' und 'B' mit  $F_R(A) > F_R(B)$  bzw. Bereich 'B' und 'C' mit  $F_R(B) = F_R(C)$  im Bild 3.9). Eine Bewertung der Reibungskontrastaufnahmen ist demnach nur dann gegeben, wenn die Reibungskraft in Vor- und in Rücklaufrichtung aufgezeichnet wird. Unter Anwendung entsprechender Bildbearbeitungsalgorithmen (Addition bzw. Subtraktion) war damit zwischen reibungs- und topographiebedingten Kontrasten zu unterscheiden (vgl. Bild 3.9).



**Bild 3.9:** Reibungskontrastabbildung und qualitative Auswertung im Normalmode.

Für die **quantitative Berechnung** der Reibungskraft wurden ausschließlich Messungen im Parallelmode herangezogen. Wie in Kapitel 2.2.1 gezeigt wurde, weicht die im Parallelmode gemessene Topographiehöhe von der tatsächlichen Oberflächentopographie  $h(x,y)$  ab, wobei die scheinbare Höhenänderung  $\Delta h$  eine Funktion der Reibungskraft  $F_R$  im Kontakt zwischen Sondenspitze und Probe ist ( $\Delta h = \Delta h(F_R)$ , vgl. Gl. 2.20). Abhängig von der Rasterrichtung der Spitze äußert sich demnach eine Reibungskraft bezüglich der Vorlaufrichtung (+y) in einer Topographieerniedrigung bzw. in Rücklaufrichtung (-y) als Erhöhung<sup>†</sup>. Bei der Messung im 'Contact Mode' ist weiterhin davon auszugehen, daß  $F_R \neq 0$  gilt und somit eine Bestimmung der tatsächlichen Oberflächentopographie bzw. der Reibungskraft aus der Messung in nur einer Rasterrichtung nicht möglich ist. Unter der Annahme, daß der Betrag der Reibungskraft  $F_R$  und der Betrag der scheinbaren Höhenänderung  $\Delta h$  in beiden Rasterrichtungen gleich ist, wird die Bestimmung der Reibungskraft auf die topographieabhängige Auslenkung  $z_P$  des z-Piezoscanners zurückgeführt.

<sup>†</sup> Diese Aussage ist nur gültig, wenn der Cantilever bewegt wird, wie es beim Table-Top-RKM der Fall ist. Wird wie im Standard-RKM die Probe bewegt, erfolgt ein Vorzeichenwechsel. In Vorlaufrichtung äußert sich die Reibungskraft dann als Topographieerhöhung bzw. in Rücklaufrichtung als Topographieerniedrigung.

Aus der Wegdifferenz

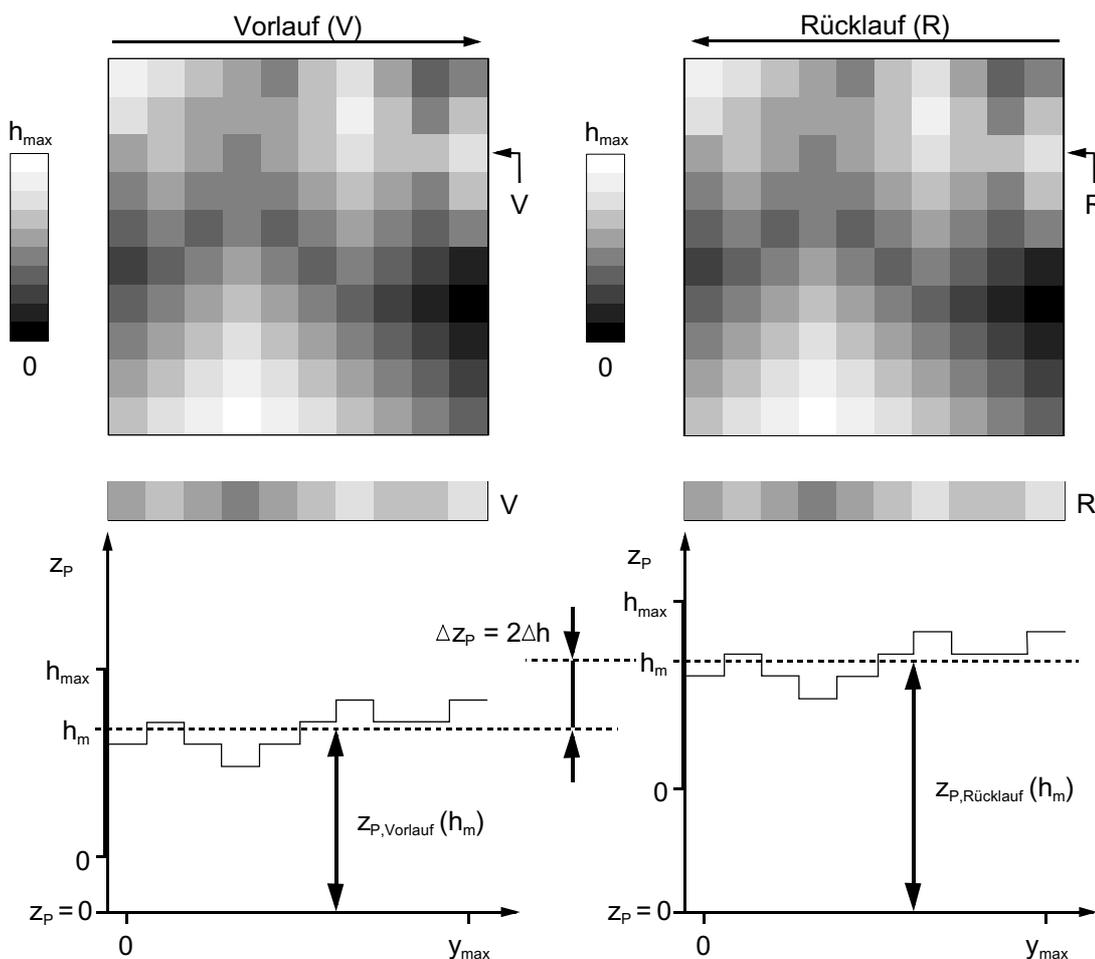
$$\begin{aligned}\Delta z_P &= z_{P,\text{Rücklauf}} - z_{P,\text{Vorlauf}} \\ &= 2 \Delta h\end{aligned}\quad (3.4)$$

zwischen der Vor- und Rücklaufbewegung und Gl. 2.20 ergibt sich die Reibungskraft zu:

$$F_R = \Delta z_P \frac{L_C}{L_t} k_C \quad (3.5)$$

Die geometrischen Parameter für die Cantileverlänge  $L_C$  und die Spitzenlänge  $L_t$  wurden jeweils im Licht- bzw. im Rasterelektronenmikroskop ermittelt.

Die numerische Bearbeitung der Topographiedaten erfolgte mit Hilfe speziell erstellter PASCAL-Programme. Für die Meßwerte einer Rasterlinie wurde dabei getrennt nach Vor- und Rücklauf die mittlere Topographiehöhe  $h_m$  (Linienmittelwert) bzw. die mittlere Piezoauslenkung  $z_P(h_m)$  ermittelt und anschließend die Topographiedifferenz  $\Delta z_P$  zwischen Vor- und Rücklauf berechnet. Für dieses Vorgehen ist eine über die Länge der Rasterlinie konstante bzw. homogen gleichverteilte Reibungskraft vorauszusetzen, was durch die Ergebnisse entsprechender Voruntersuchungen an den Versuchsmaterialien abgesichert wurde. Die Verfahrensweise wird anhand einer Modelltopographie im **Bild 3.10** schematisch dargestellt.



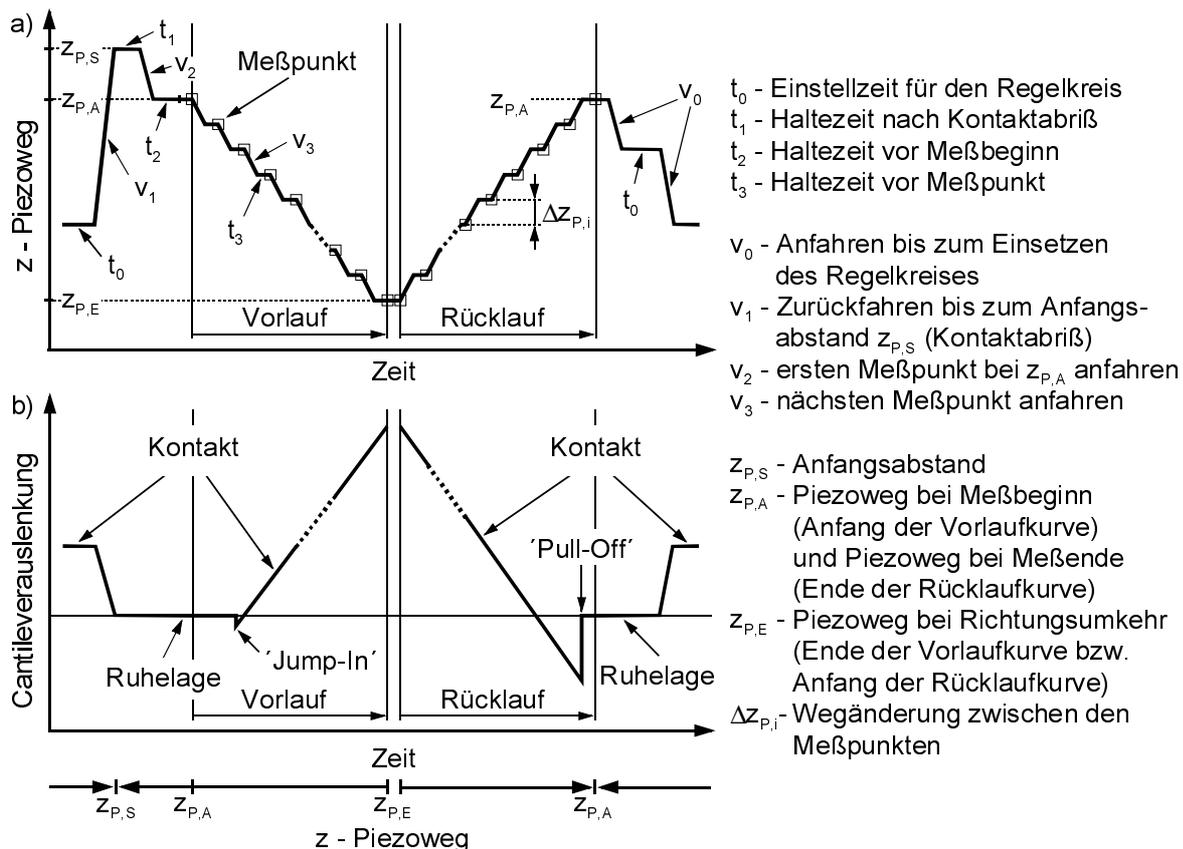
**Bild 3.10:** Quantitative Auswertung der Reibungsmessung im Parallelmode.

Um meßtechnisch bedingte Einflüsse durch die Richtungsumkehr der Rasterbewegung bzw. die Zeilenvorschubbewegung während der Messung auszuschließen, wurde der Anfangs- und Endbereich der Rasterlinien versuchsabhängig um 10-20 % gekürzt und die Mittelwertbildung über die reduzierte Weglänge durchgeführt. Durch dieses Vorgehen konnte auch der auf das Hystereseverhalten der Piezoscanner zurückzuführende Topographieversatz zwischen Vor- und Rücklauf reduziert werden. Gleichzeitig wurden statistische Fehlerquellen wie scheinbare Topographieänderungen durch das Signalrauschen minimiert.

### 3.2.4 Messung von Kraft-Weg-Kurven

Parallel zu den Reibungskraftmessungen wurden mit dem Standard- und dem Table-Top-RKM Kraft-Weg-Kurven<sup>†</sup> (F-s-Kurven) aufgezeichnet, um zum einen die Kalibrierung der Sensorempfindlichkeit durchführen zu können und zum anderen Aussagen zu den Wechselwirkungskräften zwischen den beteiligten Materialien zu erhalten. Von besonderem Interesse war hierbei die Messung der Abrißkraft in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte.

Für den Ablauf einer F-s-Messung sind im **Bild 3.11a** die Parameter der z-Piezoansteuerung schematisch dargestellt und im **Bild 3.11b** die zugehörige zu erwartende Cantileverauslenkung jeweils über der Zeit aufgetragen.



**Bild 3.11:** Schematischer Ablauf einer F-s-Messung:

- a) vorgegebener Verfahrensweg des z-Piezoscanners über der Zeit,
- b) zugehörige Cantileverauslenkung über der Zeit.

<sup>†</sup> vgl. Kapitel 2.2.3: 'Kraftspektroskopie'

Vor Beginn einer F-s-Messung befand sich die Spitze im Kontakt mit der Probenoberfläche. Zur Messung wurde der Cantilever zuerst bis zu einem vorzugebenden Anfangsabstand  $z_{P,S}$  von der Probe zurückgefahren, so daß ein Kontaktabriß stattfinden konnte. Nach der Trennung erfolgte die erneute Annäherung der Spitze an die Probe entsprechend den vorab festgelegten Steuerparametern. Mit Erreichen des ersten Meßpunktes bei  $z_{P,A}$  wurde die Auslenkung des Cantilevers anhand der Sensorspannung  $U_{O-U}$  als Funktion des Piezoweges  $z_P$  aufgezeichnet und die Piezobewegung bis zum Endpunkt der Vorlauf-Kurve bei  $z_{P,E}$  schrittweise fortgesetzt. Danach erfolgte die Richtungsumkehr der Piezobewegung und die Aufzeichnung der Rücklauf-Kurve. Nach Wiedererreichen von  $z_{P,A}$  war die Messung beendet. Abschließend wurde der Kontakt zwischen Spitze und Probe durch eine automatische Annäherung bis zum Einsetzen des Regelkreises wieder hergestellt. Die Standardparameter für die Einstellzeiten und Verfahrensgeschwindigkeiten waren  $t_0, t_1 = 0,2$  ms,  $t_2 = 1$  ms,  $t_3 = 0$  s,  $v_0, v_1, v_2 = 50$   $\mu\text{m/s}$  und  $v_3 = 0,5$   $\mu\text{m/s}$  (vgl. Bild 3.11). In speziellen Fällen wurden diese Parameter variiert, um die Datenaufnahme zu stabilisieren. Für einen Vorlauf-Rücklauf-Zyklus wurden je 600 Wertepaare aufgezeichnet. Die Wegauflösung  $\Delta z_{P,i}$  einer F-s-Messung ergab sich aus dem vorgegebenen Meßweg  $z_{P,M} = |z_{P,A} - z_{P,E}|$  geteilt durch die halbe Anzahl der aufgezeichneten Wertepaare.

Zur Auswertung der F-s-Messungen wurde ein PASCAL-Programm erstellt, mit dem jeweils die Sensorspannung  $U_{O-U}(F = 0)$  in der Cantileverruhelage, die Anstiege  $dU_{O-U}/dz_P$  der Vor- und Rücklauf-Kurven im Kontakt sowie die Sensorspannungen für die maximale Auflagekraft  $F_{L, \max}$ , die Einsprungkraft  $F_E$  und die Abrißkraft  $F_A$  bzw. die Wegdifferenz zwischen  $z_P(F = 0)$  im Kontakt und  $z_P(F_A)$  bestimmt wurden<sup>†</sup>. Zur graphischen Darstellung der Meßdaten wurde für die Kraft die Nullage bestimmt und der Piezoweg  $z_P$  in den Weg  $s$  relativ zur Probenoberfläche konvertiert, so daß ein Vergleich der Meßkurven untereinander möglich war. Die Umrechnung der Sensorspannung in eine Kraft erfolgte aus dem Anstieg  $dU_{O-U}/dz_P$  und der Federkonstanten  $k_C$  des Cantilevers. Beim Auftreten sehr großer Abrißkräfte konnte das Meßsignal bis zum Kontaktabriß nur partiell aufgezeichnet werden, da der Reflex des Lasermeßstrahls aufgrund der starken Cantileverauslenkung nicht vollständig vom Photodetektor erfaßt wurde. In solchen Fällen ist die Abrißkraft aus dem Anstieg  $dF/ds$  im Kontakt und dem bis zum Kontaktabriß zurückgelegten Weg durch eine lineare Regression extrapoliert worden.

### 3.2.5 Variation der Versuchsparameter

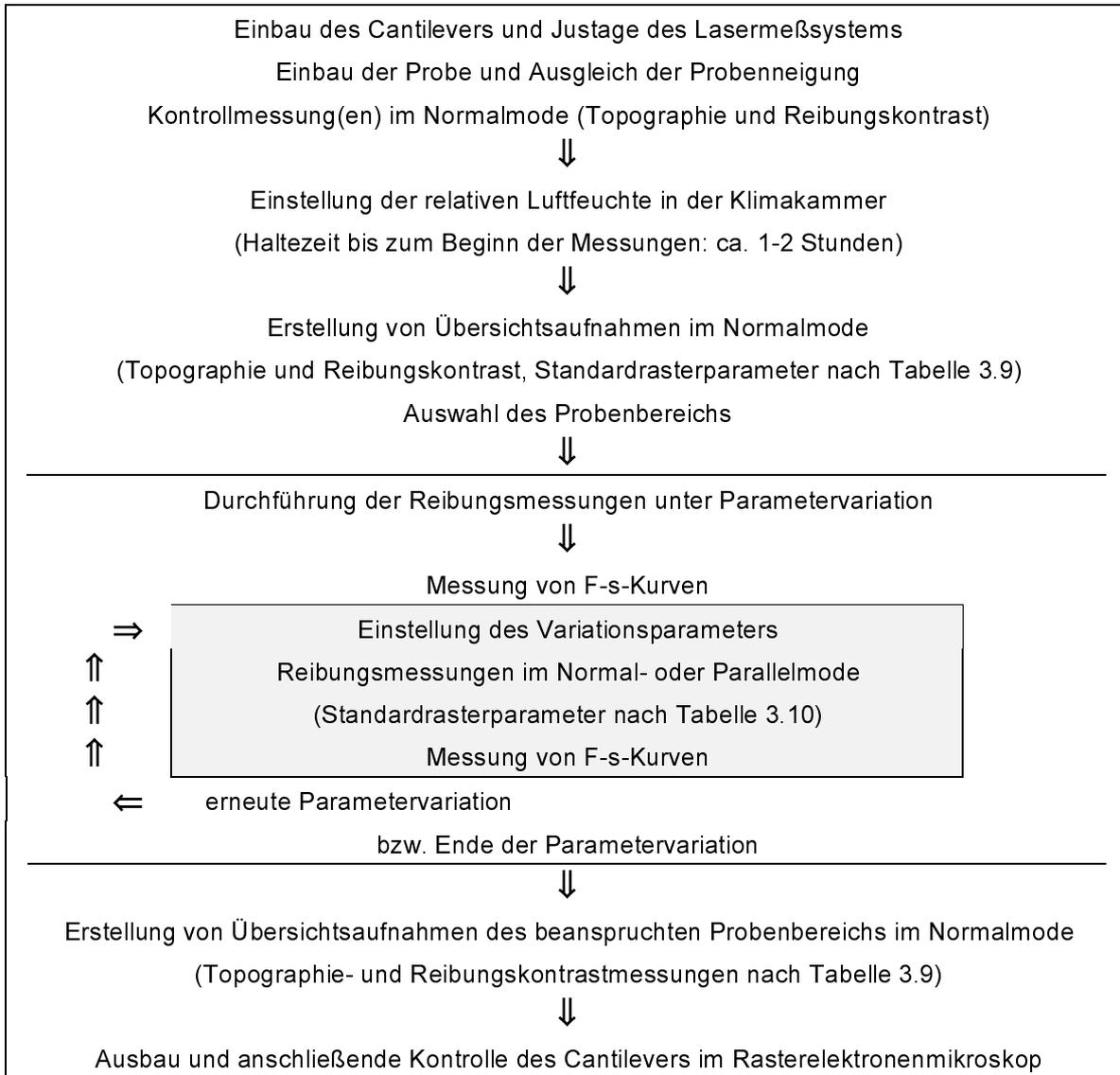
Bei der Messung der Reibung zwischen Silicium und Saphir-Oberflächen im Gleitkontakt mit Silicium wurden die in **Tabelle 3.8** aufgezeigten Parametervariationen durchgeführt.

Parametervariation	Variationsbereich	Versuchsmaterial	
		Silicium	Saphir
Auflagekraft $F_L$ in nN	bis 500	X	X
relative Luftfeuchte $\phi$ in %	< 1 bis 70	X	X
Probentemperatur $T_P$ in °C	RT bis 200°C	X	–
Gleitgeschwindigkeit $v_G$ in $\mu\text{m/s}$	10 bis 200	–	X

**Tabelle 3.8:** Durchgeführte Parametervariationen (X) bei der Reibungsmessung.

<sup>†</sup> zur Definition der Kräfte vgl. Kapitel 2.2.3: 'Kraftspektroskopie'

Die Durchführung einer Meßreihe unter Variation der Versuchsparameter gestaltete sich nach dem im **Bild 3.12** dargestellten Ablaufschema.



**Bild 3.12:** Ablaufschema zur Reibungsmessung unter Variation der Versuchsparameter.

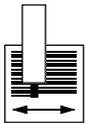
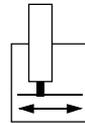
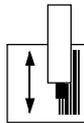
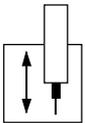
Die Übersichtsaufnahmen (**Tabelle 3.9**) mit einer Rasterfeldgröße von  $(50 \times 50) \mu\text{m}^2$  dienen zur Auswahl eines geeigneten Probenbereiches. Die in einer Größe von  $(20 \times 20) \mu\text{m}^2$  bzw.  $(10 \times 10) \mu\text{m}^2$  aufgenommenen Topographie- und Reibungscontrastbilder wurden zur Charakterisierung der Oberflächen und zur qualitativen Bewertung der Reibungskraft herangezogen. Ein Vergleich dieser Aufnahmen vor und nach Durchführung einer Meßreihe sollte eventuell auftretende Veränderungen an den beanspruchten Oberflächenbereichen dokumentieren. Die Auflagekraft wurde für diese Messungen möglichst niedrig gewählt (i.a.  $F_L < 20 \text{ nN}$ ), um nachträgliche Veränderungen gering zu halten.

Die in Tabelle 3.9 eingeführten Bezeichnungen geben an, daß die Messungen bei zweidimensionaler (flächenhafter) Übergleitung (**2d**) sowie im Normalmode (**N**) durchgeführt wurden. Die nachfolgende Zahl gibt jeweils die Größe des quadratischen Rasterfeldes in  $\mu\text{m}$  an.

Rasterparameter			
Rasterfeldgröße in $\mu\text{m}$	50 x 50	20 x 20	10 x 10
Meßpunkte pro Rasterlinie	400	400	400
laterale Punktauflösung in nm	125	50	25
Gleitweg $s_G$ pro Rasterlinie in $\mu\text{m}$	100	40	20
Gleitgeschwindigkeit $v_G$ in $\mu\text{m/s}$	200	100	50
Auflagekraft $F_L$ in nN	< 20	< 20	< 20
Bezeichnung	<b>2d-N50</b>	<b>2d-N20</b>	<b>2d-N10</b>

**Tabelle 3.9:** Standardparameter zur Erstellung der Übersichtsaufnahmen im Normalmode (Topographie- und Reibungskontrastaufnahmen im 2d-Mode).

Zur Durchführung der Reibungsmessungen unter Variation eines Versuchsparameters wurden sowohl im Normal- als auch im Parallelmode die in der **Tabelle 3.10** aufgeführten Standard-rasterparameter verwendet, wobei mit **N** eine Messung im Normal- bzw. mit **P** eine Messung im Parallelmode und mit **1d** eine eindimensionale (linienhafte) bzw. mit **2d** eine zweidimensionale (flächenhafte) Übergleitung bezeichnet wird (vgl. auch Bild 3.8).

Rasterparameter	normal (N)		parallel (P)	
Meßmode	2d (Fläche)	1d (Linie)	2d (Fläche)	1d (Linie)
Rastermode (Übergleitung)				
Rasterfeldgröße (x, y) in $\mu\text{m}$	x, y = 10	x = 10, y = 0	x, y = 10	x = 0, y = 10
Meßpunkte pro Rasterlinie	200	200	200	200
laterale Punktauflösung in nm	50	50	50	50
Gleitweg $s_G$ pro Rasterlinie in $\mu\text{m}$	20	20	20	20
Gleitgeschwindigkeit $v_G$ in $\mu\text{m/s}$ (mit Ausnahme der $v_G$ -Variation)	50	50	50	50
Bezeichnung	<b>2d-N</b>	<b>1d-N</b>	<b>2d-P</b>	<b>1d-P</b>

**Tabelle 3.10:** Standardparameter zur Reibungsmessung im Normal- und Parallelmode.

Bis auf die am Silicium durchgeführten Untersuchungen unter Variation der Proben temperatur erfolgten alle Messungen bei Raumtemperatur ( $RT = 20\text{-}23^\circ\text{C}$ ). Zur Auswertung wurde i.a. eine Mittelung der Reibungskraftmeßwerte über je 40 Rasterlinien bzw. einem zurückgelegtem Gleitweg von  $s_G = 800 \mu\text{m}$  vorgenommen. Die Variation der relativen Luftfeuchte erfolgte ausgehend von den Bedingungen unter Laboratmosphäre ( $\varphi = 30\text{-}50 \%$ ) beginnend mit  $\varphi < 1 \%$ . Zur Bestimmung der Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  wurde in der Meßabfolge zwischen der Variation mit stufenweise steigender ( $F_L \uparrow$ ) bzw. fallender ( $F_L \downarrow$ ) Auflagekraft unterschieden.

### 3.3 Mikroskopische und analytische Untersuchungen

Für ergänzende Untersuchungen an den Versuchsmaterialien und den Sondenspitzen wurden verschiedene licht- und elektronenmikroskopische Verfahren eingesetzt.

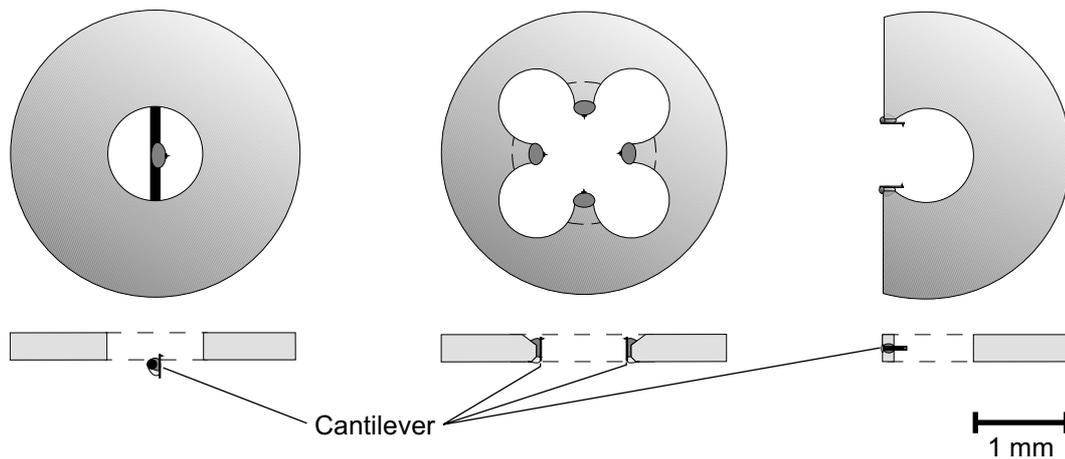
Zur Unterscheidung der **Kristallorientierungen** der unterschiedlichen Saphirproben wurden Messungen des polarisationsoptischen Verhaltens an einem Durchlichtpolarisationsmikroskop durchgeführt (Konoskopie). Anhand charakteristischer Interferenz- bzw. Achsenbilder konnte eine eindeutige Zuordnung der Kristallorientierung zu den jeweiligen Proben erfolgen.

Eine **optische Prüfung** der verwendeten **Cantilever** hinsichtlich mechanischer Schädigungen bzw. grober Verschmutzungen der Sondenspitzen vor und nach den RKM-Messungen erfolgte mit Hilfe eines Lichtmikroskops bei 500 bzw. 1000-facher Vergrößerung im Auf- und Durchlichtverfahren bzw. bei gemischter Beleuchtung. Insbesondere bei den verwendeten  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Cantilevern ließ sich die Qualität der Pyramidenspitzen unter Verwendung polarisierten Lichts anhand typischer Beugungseffekte gut einschätzen.

Die zur Charakterisierung der **Sondenspitzen** notwendigen rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden am Institut für Materialforschung I, Forschungszentrum Karlsruhe, mit einem **Rasterelektronenmikroskop** (REM) der Fa. JEOL vom Typ JSM 840 durchgeführt. Die Beschleunigungsspannung am REM wurde den jeweiligen Gegebenheiten angepaßt und betrug 5-15 kV bei einem Strahlstrom von ca. 20 pA. Bei den in dieser Arbeit gezeigten REM-Aufnahmen handelt es sich ausschließlich um Sekundärelektronenbilder (SE-Bilder). Eine spezielle Vorbereitung der Cantilever für die Untersuchungen im REM wurde nicht durchgeführt. Auf Grund der rückseitigen Goldbeschichtung der  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Cantilever bzw. der elektrischen Leitfähigkeit der Si-Cantilever war meist eine ausreichende Probenleitfähigkeit gegeben. Falls erforderlich, erfolgte eine Leitsilberkontaktierung des Cantileverträgers mit der Montageplatte. Trotz der Probenkontaktierung kam es bei Vergrößerungen oberhalb 20 000-fach zu lokalen Aufladungseffekten im Spitzenendbereich. Daraus resultierende mechanische Schwingungen der Cantilever im elektromagnetischen Feld des REM führten bei langsamer Elektronenstrahlrasterung (sog. 'Slow-Scan' zur Bildaufnahme) teilweise zu starken Verzerrungen in den Abbildungen, so daß höhere Vergrößerungen oft nicht mehr möglich waren. Entsprechend der mit dem REM erreichten Abbildungsqualität erfolgte eine rechnergestützte Bearbeitung der SE-Bilder bezüglich Helligkeit, Kontrast und ggf. geometrischer Entzerrung.

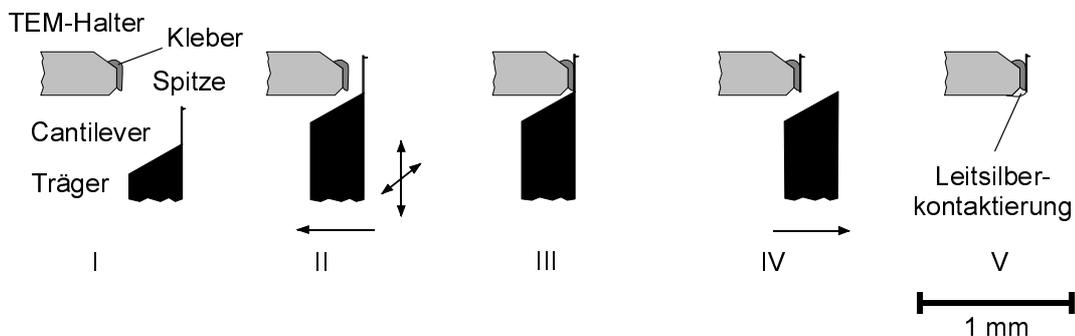
Die Überprüfung der Spitzen im Anlieferungszustand erfolgte nur stichprobenartig, um deren Kontamination mit Kohlenstoffverbindungen zu vermeiden. Die Entstehung von Kontaminationsschichten im REM wird auf die Polymerisation von Kohlenwasserstoffen und Siliconölen im Restgas der REM-Kammer durch den Elektronenstrahl zurückgeführt [138, 139]. Dabei ist deren Dicke, die einige Nanometer betragen kann, proportional zum Produkt aus Strahlstrom und Bestrahlungszeit. Ein Auftreten von Kontaminationsschichten ist somit besonders bei hohen Vergrößerungen zu erwarten. In Vergleichsmessungen an im REM untersuchten Objektflächen konnten solche Kontaminationsbereiche mit dem RKM anhand von Oberflächentopographien nachgewiesen werden.

Ergänzend zu den zerstörungsfreien REM-Untersuchungen wurden an einigen Siliciumspitzen hochauflösende Aufnahmen in einem **Transmissionselektronenmikroskop** (TEM) der Fa. Philips vom Typ CM 30 ST bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV angefertigt. Für die TEM-Untersuchungen mußten die Cantilever vom Träger gelöst werden, so daß die Spitzen für weitere RKM-Messungen i.a. nicht mehr zur Verfügung standen. Zur Präparation wurden spezielle TEM-Probenhalter aus Messing entwickelt, in die die Cantilever sowohl parallel als auch senkrecht zu ihrer Längsachse eingeklebt werden konnten (**Bild 3.13**).



**Bild 3.13:** TEM-Probenhalter mit eingeklebten Cantilevern.

Die Cantileverpräparation erfolgte mit Hilfe eines modifizierten Mikropositioniertisches, der eine räumliche Ausrichtung von Cantilever und Probenhalter sowie deren gegenseitige Verkippung gestattete. Der Ablauf der Präparation ist im **Bild 3.14** schematisch dargestellt.



**Bild 3.14:** Cantileverpräparation für die TEM-Untersuchungen:

- I: Aufbringen des Klebers, II: Positionierung und Anfahren der Klebestelle,
- III: Verfestigung des Klebers, IV: Abtrennen des Cantileverträgers,
- V: Kontaktierung des Cantilevers.

Nach Auftrag des vakuumtauglichen Klebers (Varian Torr Seal) auf einen Steg des Probenhalters (I) wurde im zweiten Schritt der Cantilever ausgerichtet und an die Klebestelle herangefahren bis ein Kontakt mit dem Kleber hergestellt war (II). Nach Verfestigung des Klebers (III) erfolgte die Abtrennung des Cantilevers von dessen Träger (IV). Abschließend wurde der Cantilever unter Verwendung von Leitsilber mit dem Probenhalter kontaktiert (V). Bei den Untersuchungen im TEM war z.T. die Bildung von Kontaminationsschichten zu beobachten, die nicht vollständig vermieden werden konnte.

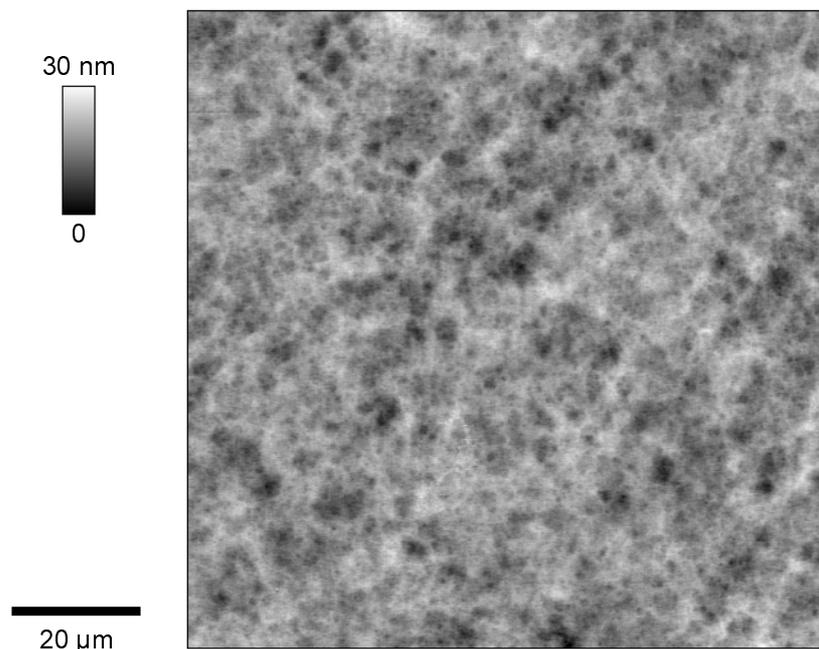
Eine Oberflächenelementanalyse und die Bestimmung der **Siliciumoxidschichtdicke** an den Siliciumproben wurde mit Hilfe einer **hochauflösenden Augerelektronenspektroskopie** (HRAES) Anlage (Fa. Perkin Elmer, Typ PHI 600) im Ultrahochvakuum ( $p < 10^{-7}$  Pa) ebenfalls am Institut für Materialforschung I durchgeführt. Mit Hilfe der integrierten Ionenätzanlage wurde die Probenoberfläche mit einem rasternden Xenon-Ionenstrahl unter einem Einfallswinkel von  $45^\circ$  zur Probennormalen definiert abgetragen und parallel dazu eine AES-Elementanalyse bezüglich des Sauerstoff- und Siliciumgehaltes in Abhängigkeit vom Materialabtrag durchgeführt (AES-Tiefenprofil). Die Kalibrierung der Tiefenprofile erfolgte mittels eines  $\text{SiO}_2$ -Standards.

## 4. Versuchsergebnisse

### 4.1 Silicium-Einkristall

#### 4.1.1 Oberflächencharakterisierung

Zur Charakterisierung der geometrischen Oberflächenstruktur der einkristallinen Siliciumproben wurden mit dem RKM Topographiemessungen durchgeführt. Das **Bild 4.1** zeigt in einer zweidimensionalen Graustufenabbildung die RKM-Topographie eines  $(100 \times 100) \mu\text{m}^2$  großen Probenbereichs auf einer Silicium-Oberfläche im Anlieferungszustand.

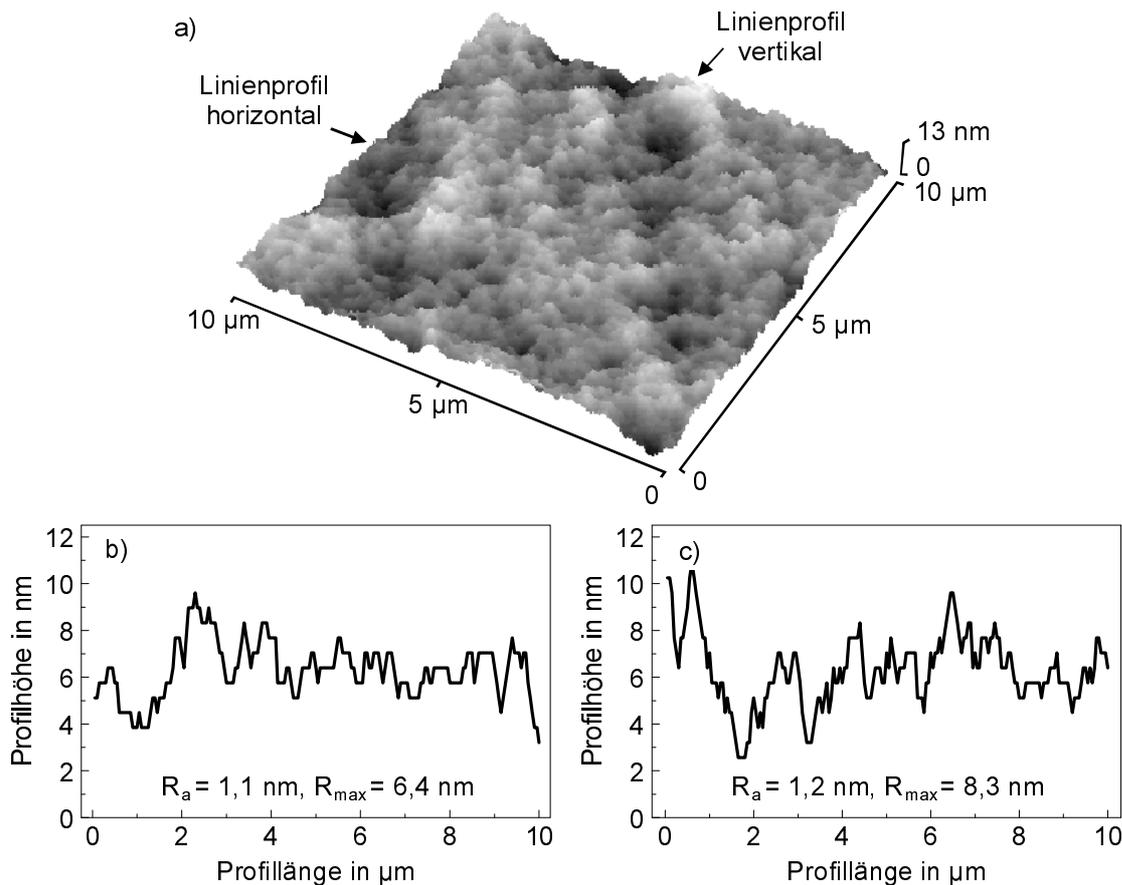


**Bild 4.1:** RKM-Topographie einer Silicium-Oberfläche im Anlieferungszustand:  
Rasterfeld  $(100 \times 100) \mu\text{m}^2$ ,  $R_a = 2,6 \text{ nm}$ ,  $R_{\text{max}} = 30,1 \text{ nm}$ .

Zur Messung wurde das Table-Top-RKM verwendet, wobei die laterale Punktauflösung des Rasterfeldes bei  $200 \text{ nm}$  lag. Der arithmetische Mittenrauhwert  $R_a$  und die maximale Rauhtiefe  $R_{\text{max}}$  wurden zu  $R_a = 2,6 \text{ nm}$  bzw.  $R_{\text{max}} = 30,1 \text{ nm}$  bestimmt und beziehen sich auf die Gesamtfläche des Rasterfeldes. Wie aus der Topographie ersichtlich, waren die Oberflächenrauheiten über die gesamte Fläche gleichmäßig verteilt und wiesen keine Vorzugsrichtung auf.

Oberflächenschädigungen wie Riefen und Kratzer sowie offensichtliche Verunreinigungen oder lose Partikeln waren nicht festzustellen.

**Bild 4.2** zeigt ein mit einer Punktauflösung von 50 nm aufgenommenes Rasterfeld von  $(10 \times 10) \mu\text{m}^2$ . Hierbei wurden Werte von  $R_a = 1,4 \text{ nm}$  und  $R_{\text{max}} = 12,8 \text{ nm}$  ermittelt. Die in Bild 4.2b und Bild 4.2c aufgetragenen Linienprofile sind in horizontaler bzw. vertikaler Richtung aus der Mitte des Rasterfeldes erstellt worden. Die Angaben für den Mittenrauhwert und die maximale Rauhtiefe beziehen sich dabei auf das Linienprofil.

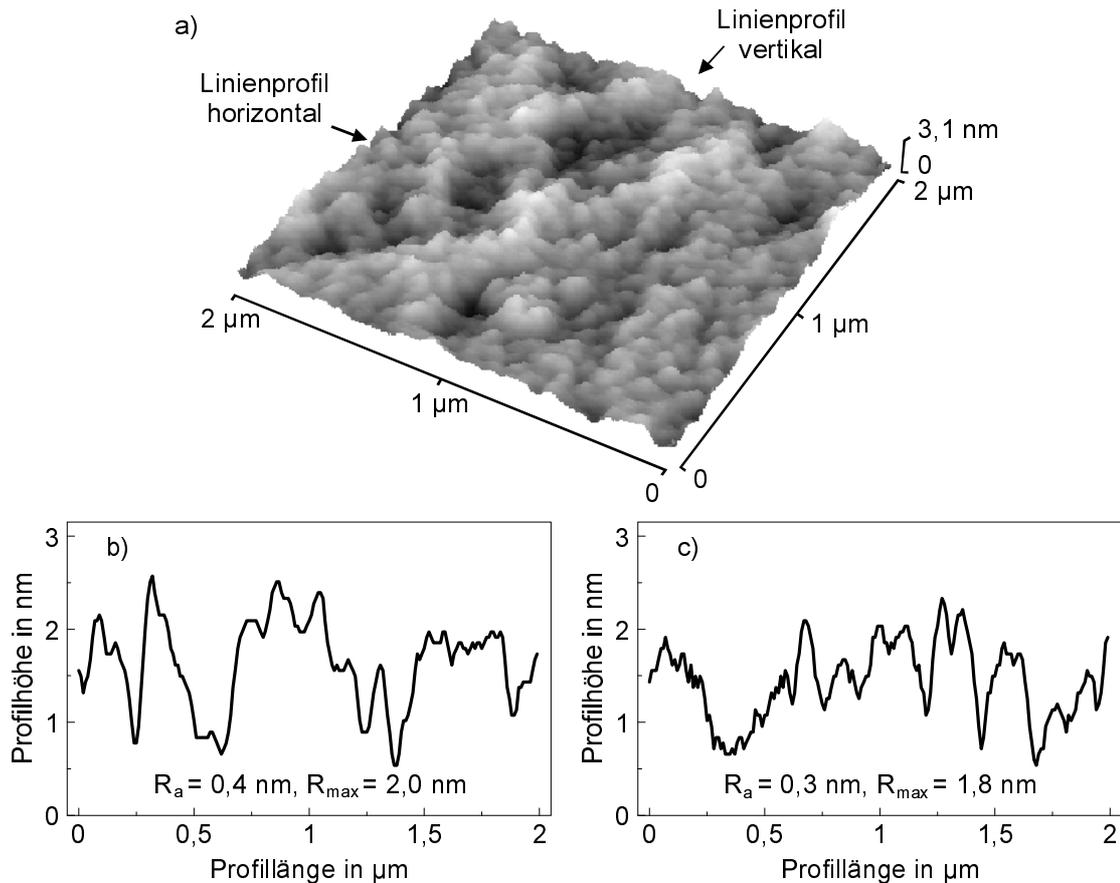


**Bild 4.2:** RKM-Topographie einer Silicium-Oberfläche:

- a) Rasterfeld  $(10 \times 10) \mu\text{m}^2$ ,  $R_a = 1,4 \text{ nm}$ ,  $R_{\text{max}} = 12,8 \text{ nm}$ ,
- b) horizontales und c) vertikales Linienprofil aus a).

Die in Bild 4.1 und Bild 4.2 gezeigten Siliciumoberflächen sind als charakteristisch für alle verwendeten Proben anzusehen. Insgesamt lagen die lokal ermittelten Rauheitskennwerte für Rasterfeldgrößen von  $(10 \times 10) \mu\text{m}^2$  bis  $(150 \times 150) \mu\text{m}^2$  im Mittel bei  $R_a = (3 \pm 1) \text{ nm}$  und  $R_{\text{max}} = (30 \pm 10) \text{ nm}$ .

Für die hochauflösende Messung der in **Bild 4.3a** dargestellten Oberflächentopographie wurde das Standard-RKM verwendet. Das  $(2 \times 2) \mu\text{m}^2$  große Rasterfeld wurde mit einer lateralen Punktauflösung von 5 nm abgetastet. Die maximale Rauhtiefe ist zu  $R_{\text{max}} = 3,2 \text{ nm}$  und der Mittenrauhwert zu  $R_a = 0,4 \text{ nm}$  bestimmt worden. Im Bild 4.3b und c sind zugehörige Linienprofile aufgetragen. Die in diesem Meßbereich ermittelten  $R_a$ - und  $R_{\text{max}}$ -Werte waren von der lokal betrachteten Probenstelle abhängig.

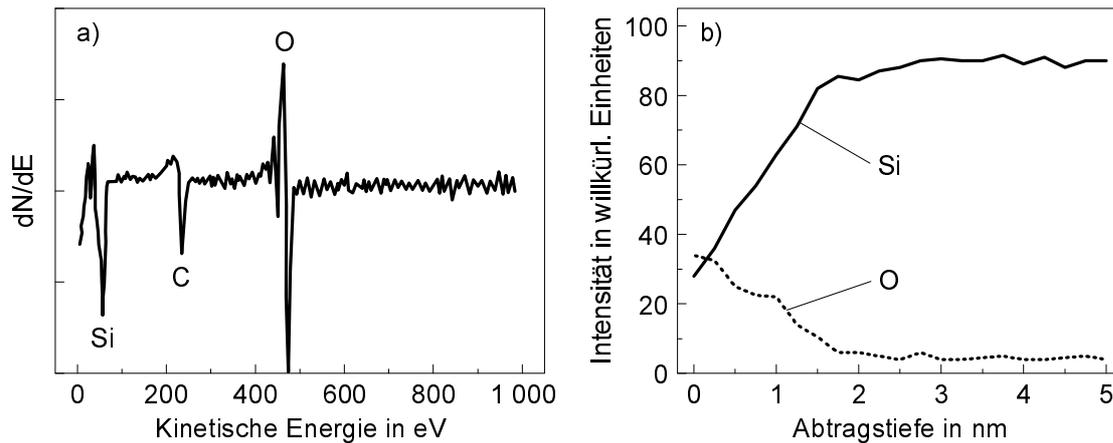


**Bild 4.3:** Hochauflösende RKM-Topographie einer Silicium-Oberfläche:

- a) Rasterfeld ( $2 \times 2$ )  $\mu\text{m}^2$ ,  $R_a = 0,4$  nm,  $R_{\text{max}} = 3,2$  nm,  
 b) horizontales und c) vertikales Linienprofil aus a).

Die Gestalt der in Bild 4.3a dargestellten Oberfläche erscheint als aus dicht nebeneinander liegenden Erhöhungen rundlicher Form zusammengesetzt, deren Durchmesser zwischen 20 nm und 100 nm lagen. Im betrachteten Meßbereich kann die Abbildung der tatsächlichen Oberflächentopographie jedoch bereits durch die geometrischen Abmessungen der Sonden spitze (Spitzenradius!) beeinflusst werden. Es ist deshalb nicht auszuschließen, daß die untersuchten Oberflächen eine feinere Strukturierung im Nanometerbereich aufwiesen.

Zur Charakterisierung der **Elementzusammensetzung** der Siliciumproben im oberflächennahen Bereich und zur Bestimmung der Dicke der zu erwartenden Siliciumoxidschicht wurden hochauflösende augerelektronenspektroskopische (HRAES) Untersuchungen durchgeführt (**Bild 4.4**). Mit Hilfe der Elementanalyse waren an den Oberflächen die Elemente Silicium (Si), Sauerstoff (O) und Kohlenstoff (C) nachweisbar. Durch die mittels Xe-Ionenabtrag realisierten Tiefenprofile wurden für die Dicke der Siliciumoxidschicht Werte zwischen 1 und 2 nm ermittelt. Anhand der Tiefenprofile war weiterhin festzustellen, daß die Intensität des an den Oberflächen detektierten Kohlenstoffs in gleichem Maße wie die Intensität des Sauerstoffanteils abnahm. Eine Kontamination der Probenoberflächen durch den Elektronenstrahl konnte aufgrund von Restgasen in der Vakuumkammer nicht ausgeschlossen werden. Deshalb war davon auszugehen, daß der Kohlenstoffanteil zumindest partiell erst nachträglich durch die Untersuchung aufgebracht wurde.

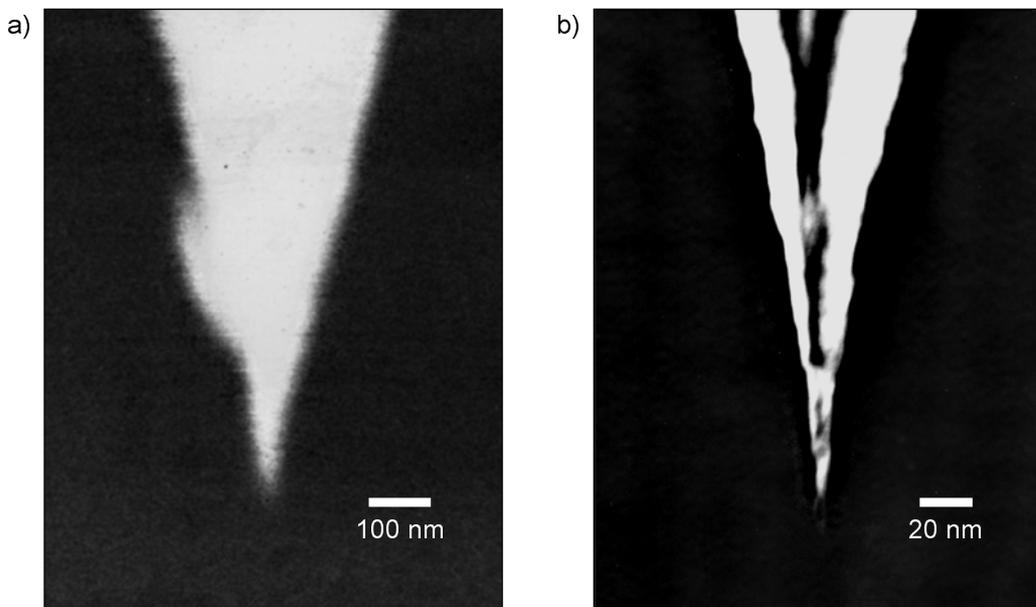


**Bild 4.4:** Ergebnisse der HRAES-Untersuchungen an einer Silicium-Oberfläche:  
a) Elementanalyse, b) Tiefenprofil.

Aus diesen Ergebnissen geht hervor, daß bei den nachfolgend dargestellten Untersuchungen genauer von einer Materialpaarung Siliciumdioxid gegen Siliciumdioxid auszugehen war. Dessen ungeachtet wird weiterhin die Bezeichnung des Grundmaterials (Silicium) verwendet.

#### 4.1.2 Siliciumspitzen im Reibungskontakt mit Silicium

Im **Bild 4.5** sind eine REM-Aufnahme und eine TEM-Hellfeld-Aufnahme von Siliciumspitzen im Anlieferungszustand dargestellt. Die Betrachtungsrichtung lag jeweils in Richtung der Cantileverlängsachse senkrecht zur Spitzenlänge.

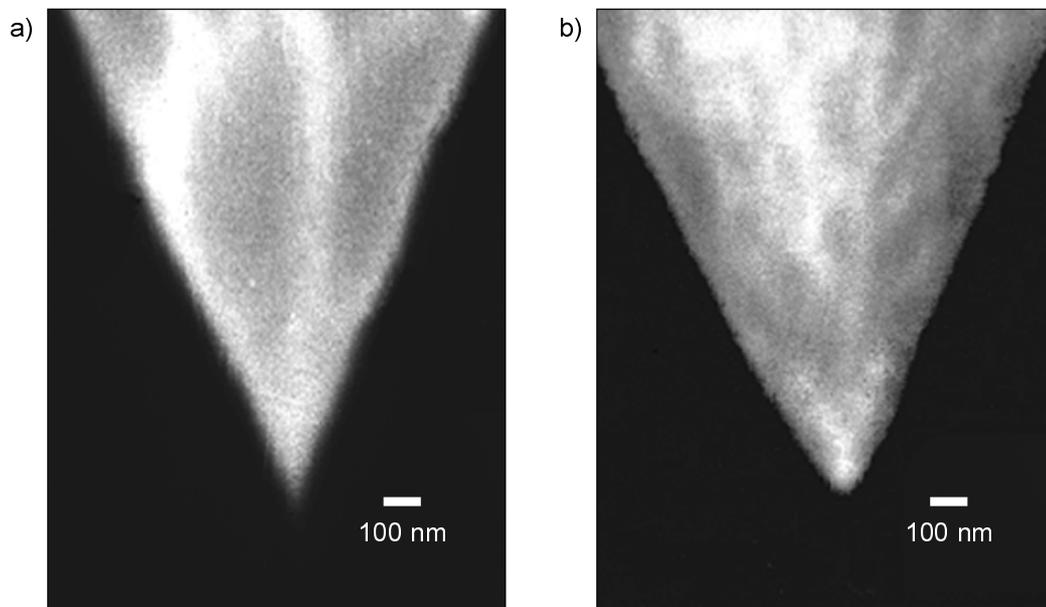


**Bild 4.5:** a) REM- und b) TEM-Aufnahme von Siliciumspitzen im Anlieferungszustand.

Anhand des REM-Bildes (Bild 4.5a) war festzustellen, daß der vom Hersteller mit 10 nm angegebene Radius der Siliciumspitze in diesem Fall vorlag. Die TEM-Abbildung (Bild 4.5b) zeigt dagegen eine deutlich feinere Spitze mit einem Radius < 10 nm. In einigen Fällen wurde

festgestellt, daß die Spitzenradien im Anlieferungszustand Werte  $> 50$  nm aufwiesen. Die ermittelten Spitzenöffnungswinkel im Endbereich lagen zwischen  $15^\circ$  und  $20^\circ$ . Bei der Charakterisierung der Siliciumspitzen mit dem REM war eine Abbildung bis auf  $\pm 10$  nm genau möglich. Die eigentliche Spitzenendgeometrie konnte damit jedoch nur bedingt abgebildet werden<sup>†</sup>.

Im Verlauf der rasterkraftmikroskopischen Untersuchungen wurde anhand der REM-Aufnahmen festgestellt, daß die verwendeten Siliciumspitzen einem Verschleiß unterlagen, der sich in einer Verkürzung der Spitzenlänge und einer daraus resultierenden Verbreiterung der Spitzenendbreite äußerte. Im **Bild 4.6** sind die REM-Aufnahmen einer Siliciumspitze im Anlieferungszustand und einer Spitze nach dem Einsatz im RKM einander gegenübergestellt. Für die Beschreibung der Spitzenendgeometrie wurde die im Bild 3.3d, Kap. 3.1.3 definierte Spitzenendbreite  $B_t$  herangezogen. Die Endbreite der beanspruchten Spitze aus Bild 4.6b lag bei 65 nm.

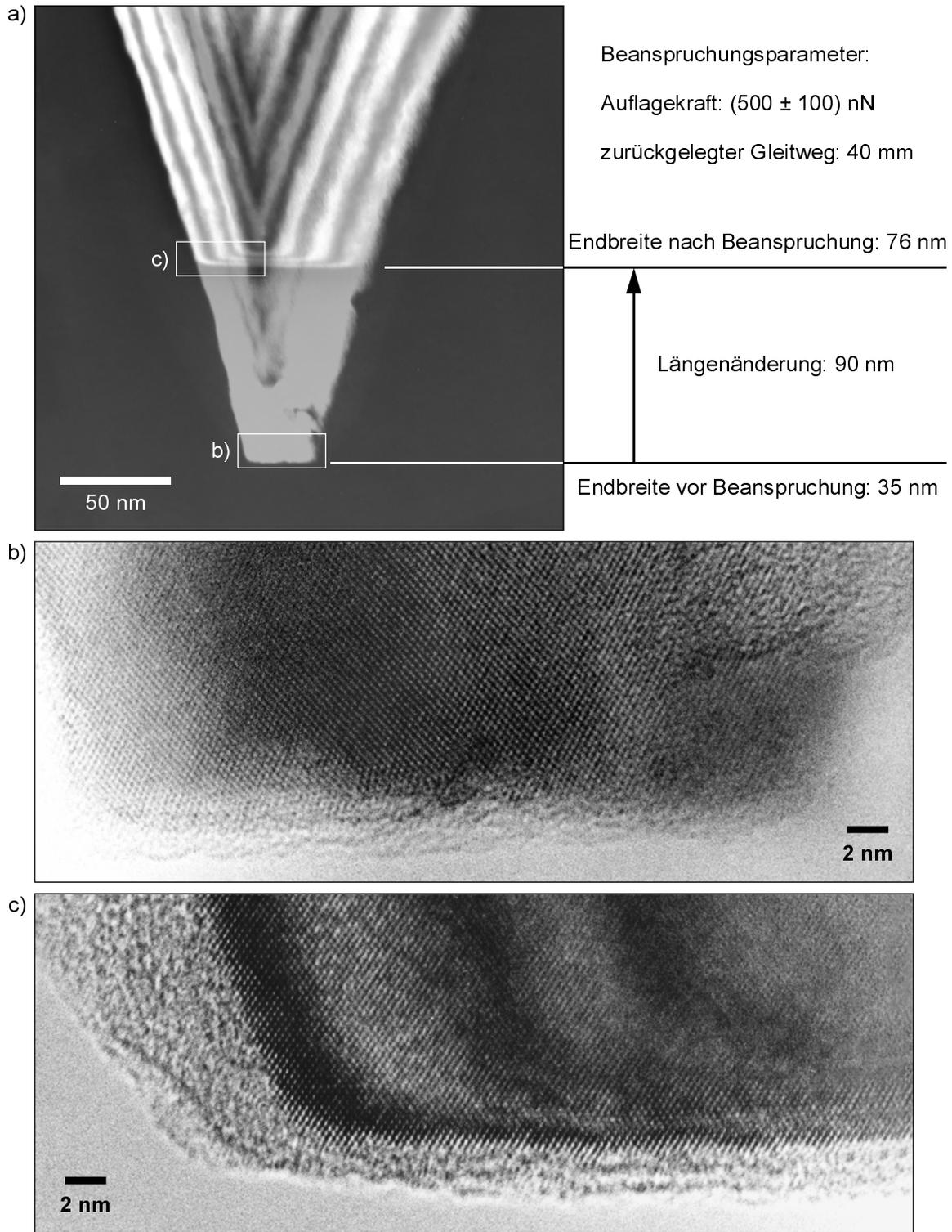


**Bild 4.6:** REM-Aufnahmen von Siliciumspitzen:

- a) Si-Spitze im Anlieferungszustand,
- b) beanspruchte Si-Spitze nach 400 mm Gesamtgleitweg auf Silicium.

Um die Veränderungen an einer Siliciumspitze durch die Beanspruchung bei der Rasterung näher zu charakterisieren, wurde eine bereits für Messungen auf Silicium benutzte Si-Spitze mit dem TEM in Hochauflösung untersucht. Mit dieser Spitze wurde danach eine weitere Messung durchgeführt und die Spitze anschließend erneut im TEM abgebildet. Die Beanspruchung erfolgte im Kontakt mit einer Siliciumprobe bei 35 % r.F. und in eindimensionaler Übergleitung. Insgesamt wurde dabei ein Gleitweg von 40 mm zurückgelegt. Die Auflagekraft betrug ca.  $(500 \pm 100)$  nN. Die Ergebnisse der TEM-Untersuchungen vor und nach dieser Beanspruchung sind im **Bild 4.7** zusammenfassend dargestellt.

<sup>†</sup> siehe Kapitel 5.2: 'Charakterisierung der Siliciumspitzen'



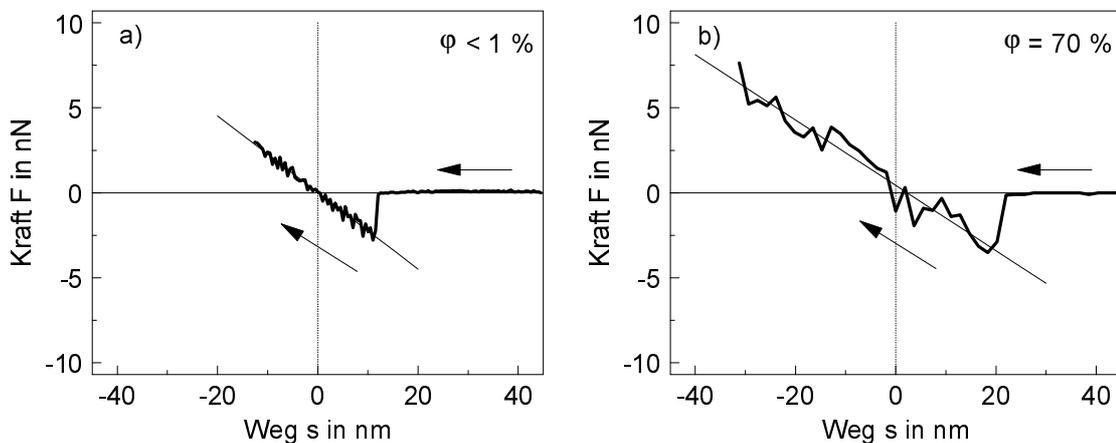
**Bild 4.7:** TEM-Aufnahmen einer beanspruchten Si-Spitze vor und nach einer weiteren Messung auf Silicium:  
a) übereinander montierte Übersichtsaufnahmen des Spitzenendbereiches vor und nach der Beanspruchung, b) Detailaufnahme des Endbereiches vor und c) nach der Beanspruchung.

Zur Veranschaulichung der Veränderungen an der Spitzenendgeometrie wurden im Bild 4.7a die jeweils im Hellfeld-Modus aufgenommenen TEM-Bilder der Si-Spitze übereinander montiert, wobei die Abbildung der Spitze vor der Beanspruchung im Graustufenkontrast abgeschwächt wurde. Ebenfalls eingezeichnet sind die Aufnahmebereiche der Teilbilder b) und c). Durch die erneute Kontaktbeanspruchung wurde das Material der Spitze auf einer Länge von ca. 90 nm abgetragen und im Gleitkontakt weiter abgeflacht. Damit verbunden war eine Zunahme der Spitzenendbreite von 35 nm auf 76 nm. Die Detailaufnahmen in Bild 4.7b und Bild 4.7c zeigen anhand der abgebildeten Netzebenen die kristalline Struktur des Siliciummaterials, die sich bis an das Ende der Spitze hin fortsetzt. Der oberflächennahe Bereich wies dagegen eine amorphe Struktur auf. Aus den Abbildungen geht deutlich hervor, daß die Spitzenendgeometrie durch die Beanspruchung im Gleitkontakt weiter abgeflacht wurde und die Form einer Ebene aufwies (Abplattung).

Für die Reibungskraftmessung wurden bereits auf Silicium eingefahrene, abgeplattete Spitzen verwendet, die eine im REM kontrollierbare Endbreite aufwiesen. Die Spitzenendbreite der für die Untersuchung der Reibungs- und Kontaktwechselwirkungen zwischen Siliciumspitzen und Siliciumoberflächen eingesetzten Spitzen lag zwischen 50 und 200 nm.

### 4.1.3 Einsprung- und Abrißkraft

Die Bestimmung der **Einsprungskraft**  $F_E$  erfolgte anhand der Vorlaufkurven von Kraft-Weg-Messungen. Im **Bild 4.8** werden als Beispiel zwei Vorlaufkurven aus F-s-Messungen, die bei  $< 1\%$  bzw.  $70\%$  r.F. aufgenommen wurden, gegenübergestellt. Im Kontaktbereich erfolgte ein Ausgleich der Meßwerte durch eine lineare Regression.

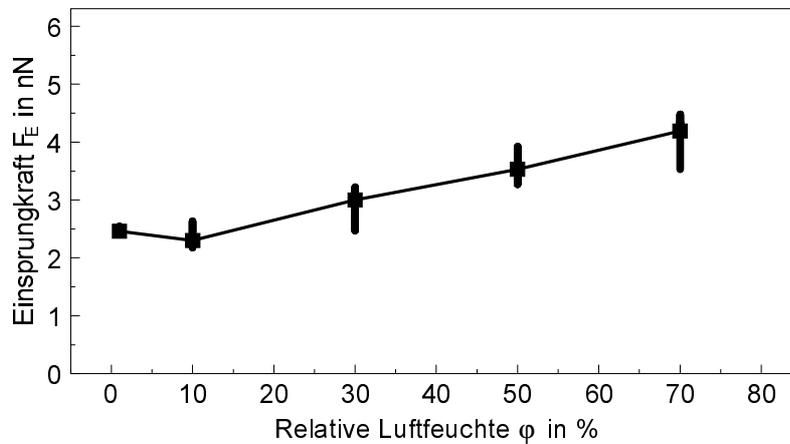


**Bild 4.8:** Beispiele für Vorlaufkurven aus Kraft-Weg-Messungen zur Bestimmung der Einsprungskraft  $F_E$  zwischen Silicium und Silicium: a)  $\varphi < 1\%$  und b)  $\varphi = 70\%$ .

Im **Bild 4.9** ist die Einsprungskraft  $F_E$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  aufgetragen. Die durchgezogene Linie kennzeichnet dabei die Verbindung der Medianwerte aus jeweils 8 Meßwerten. Eine Abhängigkeit der Einsprungskraft von der Endbreite der Siliciumspitzen ( $B_t = 50\text{-}200\text{ nm}$ ) wurde nicht festgestellt.

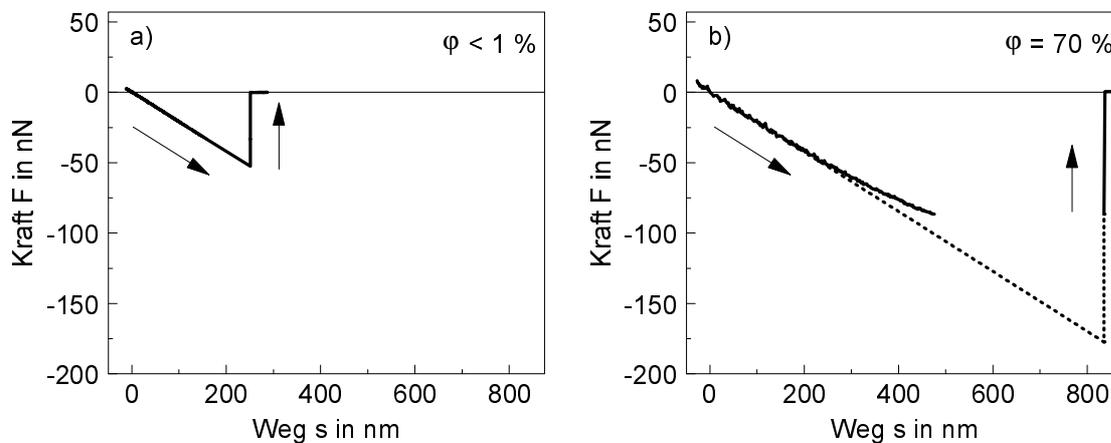
Die Werte für die bei  $70\%$  r.F. ermittelte Einsprungskraft lagen durchschnittlich um  $1\text{-}2\text{ nN}$  über den bei  $< 1\%$  r.F. gemessenen Werten. Die Wegauflösung der F-s-Messungen nahm

allerdings mit steigender Abrißkraft aufgrund der meßtechnisch bedingt längeren Meßwege ab. Dies war i.a. bei zunehmender Luftfeuchte der Fall, so daß hier eine größere Meßunsicherheit bei der Bestimmung der Einsprungkraft zu berücksichtigen war.



**Bild 4.9:** Einsprungkraft  $F_E$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\phi$ .

Zur Bestimmung der statischen **Abrißkraft**  $F_A$  wurden die Rücklaufkurven von Kraft-Weg-Messungen herangezogen. Das **Bild 4.10** zeigt hierzu exemplarisch eine bei einer relativen Luftfeuchte  $\phi < 1\%$  und eine bei  $\phi = 70\%$  aufgenommene Rücklaufkurve.

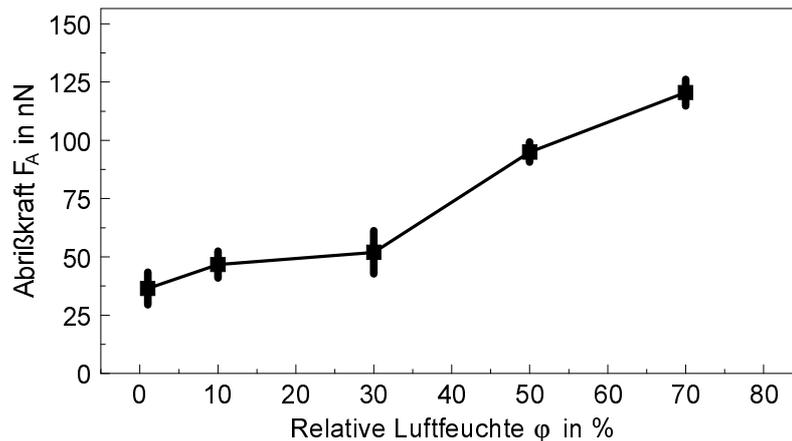


**Bild 4.10:** Beispiele für Rücklaufkurven aus Kraft-Weg-Messungen zur Bestimmung der statischen Abrißkraft  $F_A$  zwischen Silicium und Silicium:  
a)  $\phi < 1\%$  und b)  $\phi = 70\%$ .

Mit den durchgezogenen Linien werden hierbei die tatsächlich gemessenen Wertepaare  $F(s)$  gekennzeichnet. Bei einer hohen Abrißkraft konnte es aufgrund der daraus resultierenden großen Auslenkung des Cantilevers dazu kommen, daß der reflektierte Laserstrahl nicht mehr vollständig von der Photodiode erfaßt wurde. In solchen Fällen wurde die Abrißkraft aus dem Kurvenverlauf extrapoliert, wie dies mit den gestrichelten Linien im Bild 4.10b markiert ist. Die reduzierte Wegauflösung beim Auftreten einer hohen Abrißkraft führte hierbei auch zu einer höheren Meßunsicherheit bei der Bestimmung der Abrißkraft.

Bei der Auswertung der F-s-Messungen war generell zwischen der gemessenen Abrißkraft vor und nach einer Beanspruchung durch einen Reibungskontakt zu unterscheiden.

Das **Bild 4.11** zeigt hierzu die zwischen Silicium und Silicium ermittelte Abrißkraft  $F_A$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ . Die Messungen erfolgten ohne das ein vorhergehender Reibungskontakt stattgefunden hatte. Die verwendete Spitze wies eine Endbreite  $B_t$  von ca. 60-70 nm auf. Zur Mittelwertbildung wurden bei jeder Luftfeuchte 8 Meßwerte herangezogen.



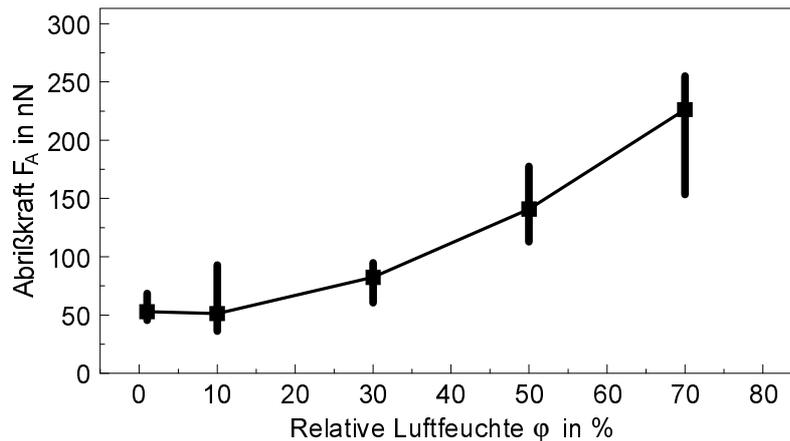
**Bild 4.11:** Statische Abrißkraft  $F_A$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  für Silicium gegen Silicium ohne vorherigen Reibungskontakt.

Für Luftfeuchten  $< 30\%$  war eine Zunahme der Abrißkraft von 30 nN auf 55 nN mit steigender Feuchte zu verzeichnen. Ab 30 % r.F. stieg die Abrißkraft dann auf Werte von 95 nN bei  $\varphi = 50\%$  und 120 nN bei  $\varphi = 70\%$  an. Für eine Änderung der Luftfeuchte um 10 % betrug die Änderung der Abrißkraft im Mittel ca. 10-15 nN.

Nach erfolgter Beanspruchung durch einen Reibungskontakt wurde grundsätzlich eine höhere statische Abrißkraft gemessen als vor der Beanspruchung. Zur Konditionierung der Spitze genügte es, eine Messung unter Standardrasterparametern (z.B. **2d-N**) mit  $F_L > 50$  nN durchzuführen. Danach war aufgrund der Kontaktbeanspruchung eine im Vergleich zum unbeanspruchten Zustand im Mittel um den Faktor 1,5-2 höhere Abrißkraft zu verzeichnen. Eine weitere Zunahme der Abrißkraft durch nachfolgende Beanspruchungen war im Rahmen der Meßwertstreuung nicht mehr feststellbar.

Im **Bild 4.12** ist die statische Abrißkraft  $F_A$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  dargestellt, die nach erfolgtem Reibungskontakt ermittelt wurde. Zur Auswertung wurden jeweils 8 Meßwerte herangezogen. Die Endbreite  $B_t$  der Si-Spitze lag bei ca. 60-70 nm.

Die Abrißkraft nahm insgesamt von ca. 50 nN bei  $\varphi < 1\%$  auf 220 nN bei  $\varphi = 70\%$  zu. Der Zusammenhang zwischen Abrißkraft und relativer Luftfeuchte folgte näherungsweise einer Proportionalität gemäß  $F_A(\varphi) \sim \varphi^2$ . Zwischen 10 und 70 % r.F. war der Kurvenverlauf  $F_A(\varphi)$  auch durch eine exponentielle Abhängigkeit mit  $F_A(\varphi) \sim e^{C \cdot \varphi}$  zu beschreiben, wobei  $C > 0$  hierbei eine versuchsabhängige Konstante darstellt.



**Bild 4.12:** Statische Abrißkraft  $F_A$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  für Silicium gegen Silicium nach Beanspruchung durch einen Reibungskontakt.

Weiterhin wurde festgestellt, daß bei Messungen mit Spitzen, die Endbreiten  $< 50$  nm aufwiesen, meist eine geringere Abrißkraft zu beobachten war. Der Einsatz breiterer Spitzen ( $B_t \approx 200$  nm) führte dagegen zu einer im Mittel um 100-200 nN höheren Abrißkraft  $F_A(\varphi)$ . Die qualitative Abhängigkeit entsprach dabei weitgehend dem im Bild 4.11 bzw. Bild 4.12 dargestellten Kurvenverlauf. Eine gezielte Variation der Spitzenendbreite wurde jedoch nicht durchgeführt.

Eine Abhängigkeit der statischen Abrißkraft  $F_A$  von der während der Messung der Kraft-Weg-Kurven aufgebrachten maximalen Auflagekraft  $F_{L, \max}$  zwischen 5 und 100 nN war nicht nachzuweisen.

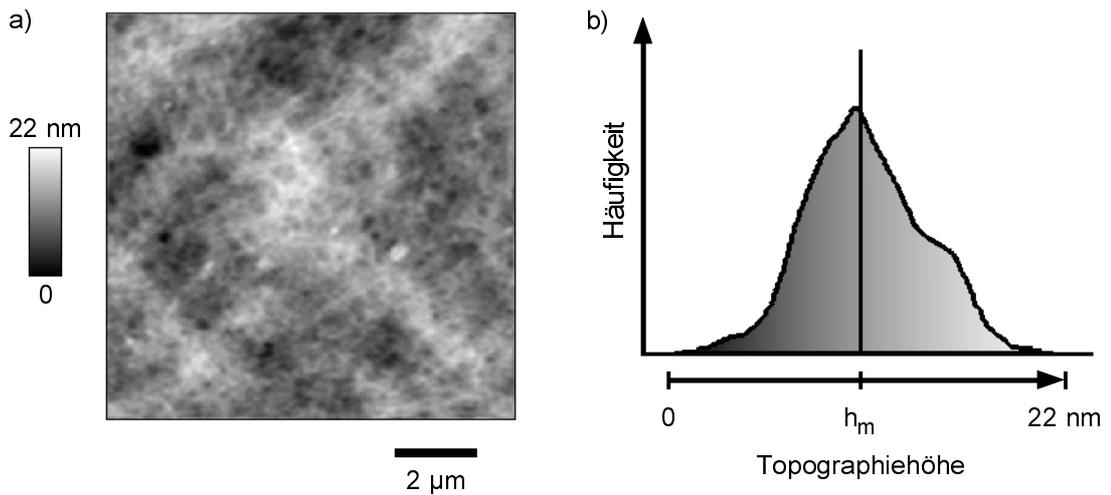
#### 4.1.4 Reibungskraft zwischen Silicium und Silicium

##### 4.1.4.1 Einfluß der Topographie

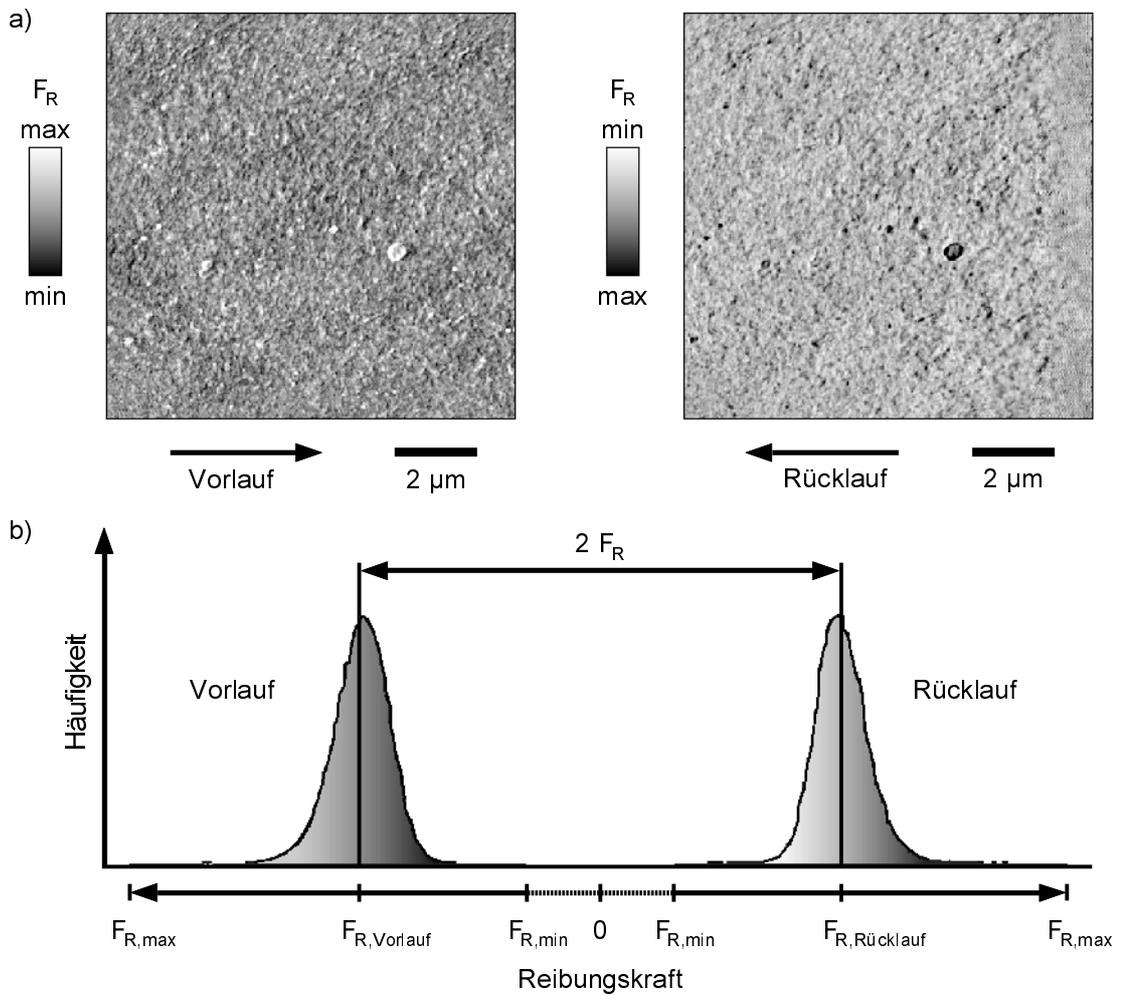
Der Einfluß topographiebedingter Änderungen der Reibungskraft wurde qualitativ anhand von Reibungscontrastmessungen im Normalmode bewertet. Das **Bild 4.13a** zeigt hierzu exemplarisch die bei einer Auflagekraft von 10 nN mit dem Table-Top-RKM unter Standardrasterparametern (**2d-N10**) aufgenommene Topographie einer Siliciumoberfläche sowie im Bild 4.13b die daraus ermittelte Häufigkeitsverteilung der lokalen Topographiehöhe. Die Rauheitskennwerte des Probenbereiches betragen  $R_a = 2,7$  nm und  $R_{\max} = 21,8$  nm. Die mittlere Topographiehöhe lag bei  $h_m = 10,5$  nm.

Im **Bild 4.14a** sind die zugehörigen Reibungscontrastbilder getrennt nach der Rasterrichtung dargestellt. Der Kontrastwechsel in der Reibungskraftdarstellung zwischen dem Vor- und Rücklauf spiegelt dabei die Umkehr der Rasterrichtung wider.

Über dem gesamten Probenbereich erwies sich die Reibungskraft in beiden Richtungen als homogen. Die lokal auftretenden Reibungskraftänderungen konnten als gleichmäßig verteilt angesehen werden. Dies wird auch anhand der im Bild 4.14b gezeigten Häufigkeitsverteilungen der lokalen Reibungskraft aus Bild 4.14a deutlich, die für die Vor- und Rücklaufbewegung deckungsgleich waren und nahezu einer Gleichverteilung unterlagen.

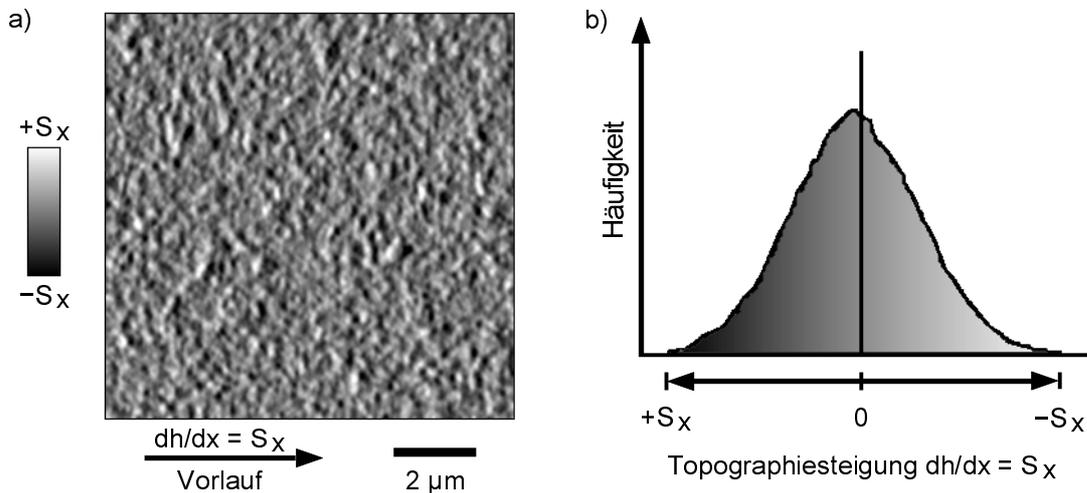


**Bild 4.13:** Silicium-Oberfläche:  
a) Topographie und b) Häufigkeitsverteilung der lokalen Topographiehöhe.



**Bild 4.14:** Qualitativer Reibungscontrast auf der Silicium-Oberfläche aus Bild 4.13:  
a) Reibungscontrast in Vor- und Rücklaufichtung,  
b) Häufigkeitsverteilung der lokalen Reibungskraft aus a).

Für die Bewegung der Spitze in Vorlaufrichtung (+x) ergaben sich aus der Topographie nach Bild 4.13a die im **Bild 4.15a** flächenhaft dargestellten lokalen Topographiesteigungen  $dh/dx$ . Das Bild 4.15b zeigt die daraus ermittelte Häufigkeitsverteilung der lokalen Steigungen, die eine Gleichverteilung aufwies. Der Vergleich der Verteilung der lokalen Reibungskraft nach Bild 4.14b mit der Verteilung der lokalen Topographiesteigung zeigte, daß beide Kurven bis auf einen Skalierungsfaktor nahezu deckungsgleich waren.



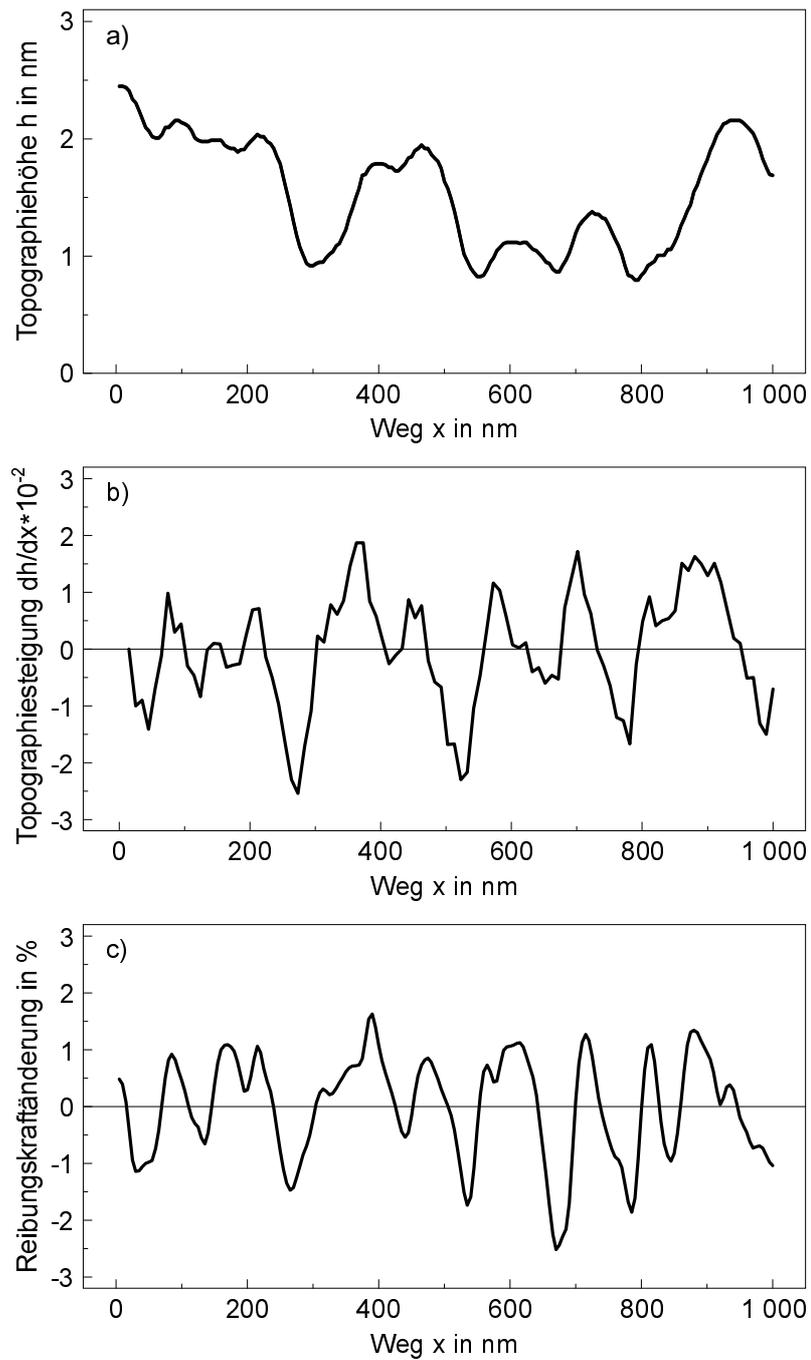
**Bild 4.15:** Silicium-Oberfläche:

- a) lokale Topographiesteigung  $dh/dx = s_x$  bei Ableitung in Rasterrichtung +x (Vorlauf) und b) Häufigkeitsverteilung der lokalen Topographiesteigung für die Topographie nach Bild 4.13.

Die lokale Änderung der Reibungskraft wird im **Bild 4.16** am Beispiel einer im Normalmode aufgezeichneten Rasterlinie dargestellt. Das Bild 4.16a zeigt hierzu das Linienprofil der Topographie  $h(x)$ . Die daraus abgeleitete lokale Topographiesteigung  $dh/dx$  wird im Bild 4.16b gezeigt. Das Bild 4.16c gibt die zugehörige Änderung der lokalen Reibungskraft  $F_R(x)$  bezogen auf die mittlere Reibungskraft  $F_R$  wieder. Die Größen sind jeweils über dem zurückgelegten Weg in der Rasterrichtung +x (Vorlauf) aufgetragen.

Aus dem Vergleich der lokalen Topographiesteigung  $dh/dx$  mit dem Kurvenverlauf der lokalen Reibungskraftänderung wurde ersichtlich, daß die Reibungskraft bei positiver Topographiesteigung zunahm und bei negativer Steigung abfiel. Für die hier nicht dargestellte Rücklaufbewegung ergab sich eine analoge Abhängigkeit. Die lokalen Abweichungen der Reibungskraft von der mittleren Reibungskraft waren somit direkt den Änderungen der lokalen Topographiesteigung zuzuordnen und demnach als topographiebedingt anzusehen.

Aufgrund der gezeigten Gleichverteilung der Topographiesteigungen (vgl. Bild 4.15b) und der damit korrespondierenden Verteilung der lokalen Reibungskraft wurde für die nachfolgenden Untersuchungen davon ausgegangen, daß lokal auftretende Reibungskraftänderungen im statistischen Mittel ausgeglichen wurden und somit bei der Angabe einer mittleren Reibungskraft zu vernachlässigen waren.

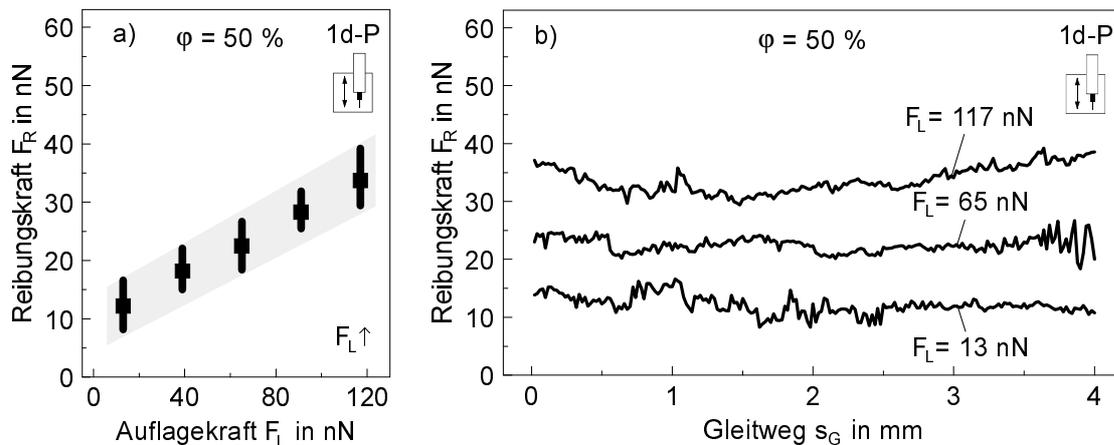


**Bild 4.16:** Lokale Änderung der Reibungskraft in Abhängigkeit von der lokalen Topographie einer Silicium-Oberfläche:

- a) Linienprofil der Topographie  $h(x)$ ,
- b) Topographiesteigung  $dh/dx$  der Profillinie aus a),
- c) Änderung der Reibungskraft bezogen auf die mittlere Reibungskraft  $F_R$ .

#### 4.1.4.2 Einfluß der Auflagekraft

Zwischen den im Gleitkontakt befindlichen Siliciumoberflächen war bei der Messung der Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der extern durch den Cantilever aufgebrachtene Auflagekraft  $F_L$  eine mit steigender Auflagekraft zunehmende Reibungskraft festzustellen. Das **Bild 4.17a** zeigt hierzu exemplarisch die Ergebnisse einer bei einer relativen Luftfeuchte von  $\varphi = 50\%$  durchgeführten Meßreihe. Die Messungen sind unter Standardparametern (**1d-P**) und in der Versuchsabfolge mit steigender Auflagekraft ( $F_L \uparrow$ ) durchgeführt worden. Vor Beginn der Meßreihe wurde eine Messung unter Standardrasterparametern (**1d-P**) mit  $F_L \approx 50$  nN durchgeführt. Damit ist sichergestellt worden, daß die nachfolgenden Messungen ausgehend von einem stationären Zustand erfolgten und Einlaufeffekte weitgehend auszuschließen waren.

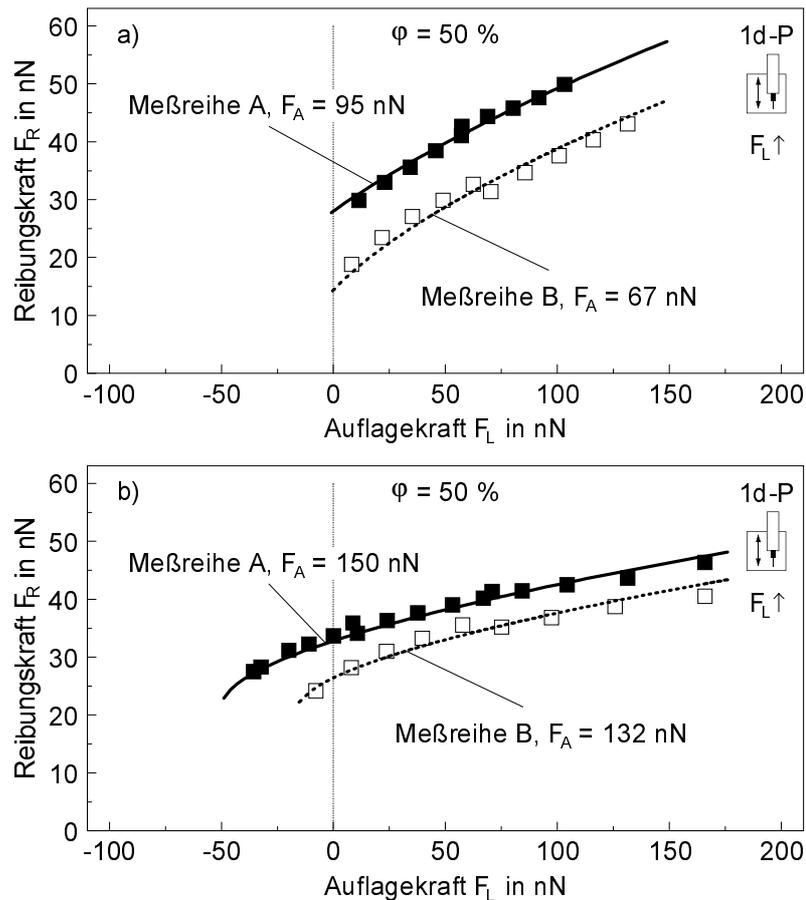


**Bild 4.17:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei  $\varphi = 50\%$ :

- mittlere Reibungskraft  $F_R$  (■) in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$ ,
- $F_R(F_L)$  über dem zurückgelegten Gleitweg  $s_G$  (zu a).

Bei der im Bild 4.17a angegebenen Reibungskraft handelt es sich um Mittelwerte, die über einen Gleitweg von  $s_G = 4$  mm bei jeweils konstanter Auflagekraft ermittelt wurden. Die Streubalken und das graue Feld markieren den Bereich der Abweichungen der momentanen Reibungskraft von der für die einzelnen Rasterlinien über dem gesamten Gleitweg bestimmten mittleren Reibungskraft. Im Bild 4.17b ist die Reibungskraft für  $F_L = 13$  nN,  $F_L = 65$  nN und  $F_L = 117$  nN jeweils über dem Gleitweg  $s_G$  aufgetragen. Dabei wurde festgestellt, daß die Abweichung der Reibungskraft vom Mittelwert maximal  $\pm 5$  nN für die Einzelmessung betrug. Eine Abhängigkeit der Reibungskraft vom zurückgelegten Gleitweg war unabhängig von der Auflagekraft bei keiner Messung erkennbar.

Die im **Bild 4.18** gezeigten Meßergebnisse wurden bei einer relativen Luftfeuchte von  $\varphi = 50\%$  unter Standardrasterparametern (**1d-P**) im stationären Zustand bestimmt. Die Endbreite  $B_t$  der verwendeten Si-Spitze lag bei ca. 60 nm. In der Versuchsabfolge wurde zwischen der Variation mit stufenweise steigender ( $F_L \uparrow$ , Bild 4.18a) bzw. fallender ( $F_L \downarrow$ , Bild 4.18b) Auflagekraft unterschieden. Gegenübergestellt werden jeweils zwei Meßreihen (A und B), die unter derselben Versuchsabfolge durchgeführt wurden. Weiterhin ist die unmittelbar vor Beginn einer Meßreihe ermittelte statische Abrißkraft  $F_A$  angegeben.



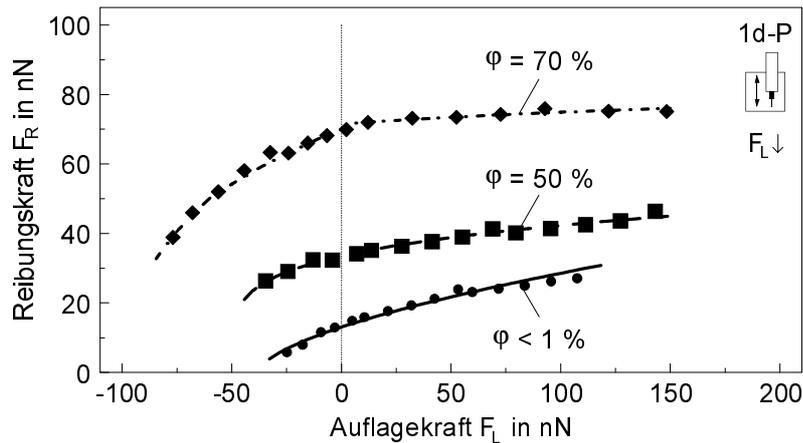
**Bild 4.18:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Silicium und Silicium bei  $\varphi = 50\%$  in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$ :

- $F_R(F_L)$  bei steigender Auflagekraftvariation,
- $F_R(F_L)$  bei fallender Auflagekraftvariation bis zum Kontaktabriß.

Bei allen Messungen war eine direkte Abhängigkeit der Reibungskraft von der zugehörigen, gemessenen Abrißkraft festzustellen. Mit höherer Abrißkraft wurde bei gleicher Auflagekraft auch eine größere Reibungskraft registriert. Anhand der Kurvenverläufe war für Auflagekräfte  $< 50$  nN meist eine nichtlineare Abhängigkeit der Reibungskraft von der Auflagekraft festzustellen. Der Zusammenhang zwischen Reibungs- und Auflagekraft für  $F_L > 50$ -100 nN war näherungsweise auch durch eine lineare Funktion  $F_R \sim F_L$  zu kennzeichnen.

Die minimale Auflagekraft, die zur Aufrechterhaltung des Kontakts zwischen den Oberflächen während der Übergleitung notwendig war, wurde anhand der mit fallender Auflagekraftvariation durchgeführten Meßreihen ermittelt. Dazu wurde die Auflagekraft bei der Reibungskraftmessung solange verringert, bis es aus der Gleitbewegung heraus zu einem Kontaktabriß zwischen Spitze und Probe kam. Die im Bild 4.18b dargestellten Meßergebnisse zeigen, daß der Kontaktabriß für die Meßreihe A bei  $F_L = -36$  nN und für die Meßreihe B bei  $F_L = -8$  nN stattfand. Der Differenzbetrag zwischen beiden Werten lag mit 28 nN nahe beim Differenzbetrag der ermittelten Abrißkraft zwischen den Meßreihen A und B, der in diesem Fall 22 nN betrug.

Entsprechende Untersuchungen wurden ebenfalls bei relativen Luftfeuchten unter- und oberhalb von 50 % r.F. durchgeführt. Dabei war festzustellen, daß der Anstieg im Verlauf der  $F_R(F_L)$ -Kurven bei positiver Auflagekraft mit zunehmender Luftfeuchte und steigender Auflagekraft abnahm. Das **Bild 4.19** zeigt hierzu exemplarisch die Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  für Luftfeuchten von  $\varphi < 1\%$  und  $\varphi = 70\%$  im Vergleich zu einer bei 50 % r.F. durchgeführten Meßreihe. Dargestellt werden die Meßwerte aus dem stationären Zustand. Die Messungen erfolgten unter Standardrasterparametern (**1d-P**). Die Variation der Auflagekraft wurde bei jeweils konstanter Luftfeuchte in fallender Abfolge bis zum Kontaktabriß durchgeführt.



**Bild 4.19:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei  $\varphi < 1\%$ ,  $\varphi = 50\%$  und  $\varphi = 70\%$  und fallender Auflagekraftvariation bis zum Kontaktabriß.

Die nichtlineare Abhängigkeit der Reibungskraft von der Auflagekraft war bei 70 % r.F. und  $F_L < 50$  nN am deutlichsten ausgeprägt.

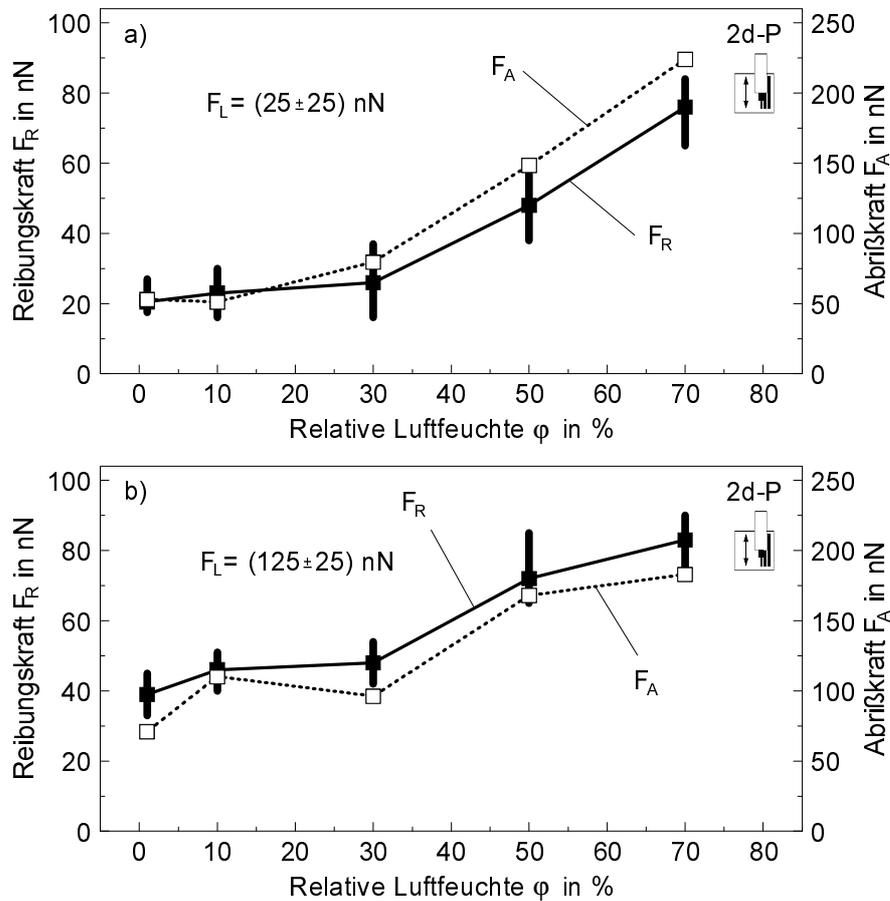
#### 4.1.4.3 Einfluß der relativen Luftfeuchte

Der Einfluß der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  auf die Reibungskraft  $F_R$  zwischen den im Gleitkontakt befindlichen Siliciumoberflächen wurde bei relativen Luftfeuchten von  $< 1\%$  bis 70 % untersucht. Es wurde festgestellt, daß die Reibungskraft bei jeweils gleicher Auflagekraft mit steigender Luftfeuchte zunahm. Die Abhängigkeit  $F_R(\varphi)$  korrespondierte dabei weitgehend mit der Abhängigkeit der gemessenen statischen Abrißkraft  $F_A(\varphi)^\dagger$ , d.h. mit steigender Abrißkraft bzw. steigender Luftfeuchte nahm die Reibungskraft ebenfalls zu.

Das **Bild 4.20** zeigt hierzu die Abhängigkeit der Reibungskraft  $F_R$  von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ . Die Messungen wurden unter Standardrasterparametern (**2d-P**) und mit einer Si-Spitze von  $B_t \approx 70$  nm durchgeführt. Dargestellt werden die Meßwerte aus dem stationären Zustand, d.h. nach Konditionierung durch eine Messung mit den Parametern (**1d-P**) bei  $F_L \approx 50$  nN. Im Bild 4.20a sind die bei einer Auflagekraft von  $F_L = (25 \pm 25)$  nN bestimmten Meßergebnisse zusammengefaßt, Bild 4.20b zeigt die bei  $F_L = (125 \pm 25)$  nN ermittelte Reibungskraft  $F_R(\varphi)$ .

<sup>†</sup> vgl. Kapitel 4.1.3: 'Einsprung- und Abrißkraft'

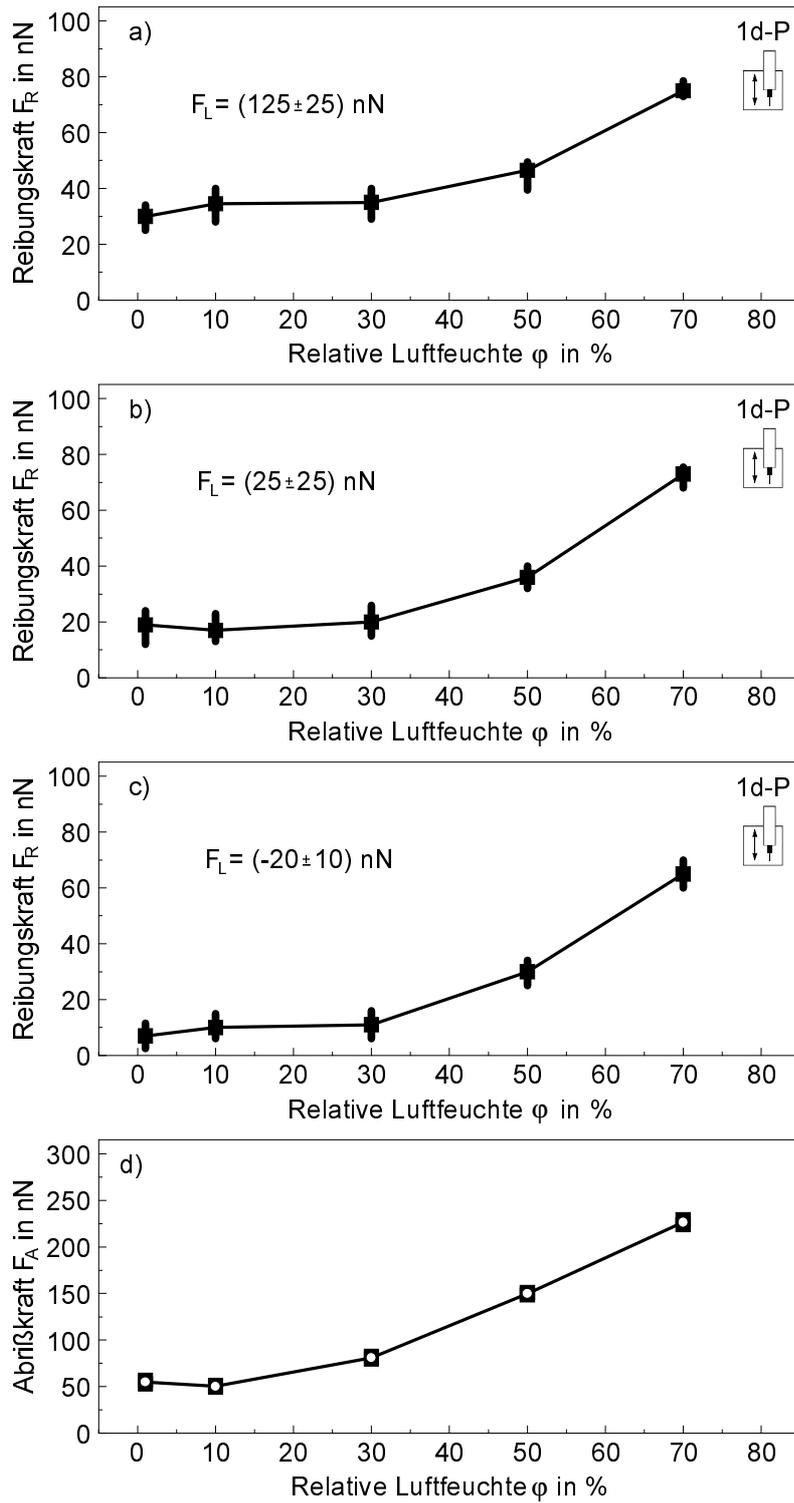
Um einen direkten Vergleich mit der Abrißkraft zu ermöglichen, ist die jeweils unmittelbar nach einer Reibungskraftmessung bestimmte statische Abrißkraft  $F_A(\varphi)$  bzgl. einer zweiten Ordinate (in beiden Teilbildern rechts) aufgetragen.



**Bild 4.20:** Reibungskraft  $F_R$  (■) und statische Abrißkraft  $F_A$  (□) zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ :  
a)  $F_L = (25 \pm 25) \text{ nN}$  und b)  $F_L = (125 \pm 25) \text{ nN}$ .

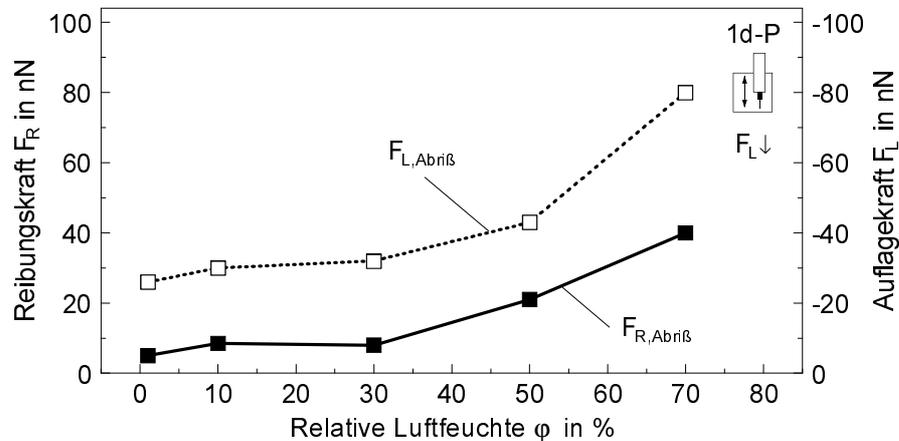
Wie die Untersuchungen zeigten, war die Größe der Reibungskraft immer an die Größe der zugehörigen statischen Abrißkraft gebunden und zwar unabhängig von der Versuchsabfolge.

Das **Bild 4.21a-c** zeigt hierzu die Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  für eine Auflagekraft von  $F_L = (125 \pm 25) \text{ nN}$ ,  $F_L = (25 \pm 25) \text{ nN}$  bzw.  $F_L = (-20 \pm 10) \text{ nN}$ . Dargestellt werden wiederum die Meßwerte aus dem stationären Zustand. Die Messungen erfolgten unter Standardrasterparametern (**1d-P**). Die Variation der Auflagekraft wurde bei jeweils konstanter Luftfeuchte in fallender Abfolge bis zum Kontaktabriß durchgeführt. Im Bild 4.21d ist die zugehörige statische Abrißkraft  $F_A$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  dargestellt. Dabei waren die  $F_A$ -Werte, die unmittelbar vor und nach einer Reibungskraftmessung ermittelt wurden, nahezu identisch und Meßwertstreuungen vernachlässigbar klein. Die Endbreite der verwendeten Si-Spitze lag bei  $B_t \approx 70 \text{ nm}$ .



**Bild 4.21:** Reibungskraft  $F_R$  und statische Abrißkraft  $F_A$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ :  
 a)  $F_L = (125 \pm 25) \text{ nN}$ , b)  $F_L = (25 \pm 25) \text{ nN}$ , c)  $F_L = (-20 \pm 10) \text{ nN}$ ,  
 d) statische Abrißkraft  $F_A(\varphi)$ .

Aus den mit fallender Auflagekraft bis zum Kontaktabriß durchgeführten Reibungskraftmessungen wurden die im **Bild 4.22** dargestellten Werte für die minimale Reibungskraft  $F_{R,Abriß}$  und die zugehörige Auflagekraft  $F_{L,Abriß}$  ermittelt, bei der ein Reibungskontakt bei der Gleitbewegung noch aufrechterhalten werden konnte.



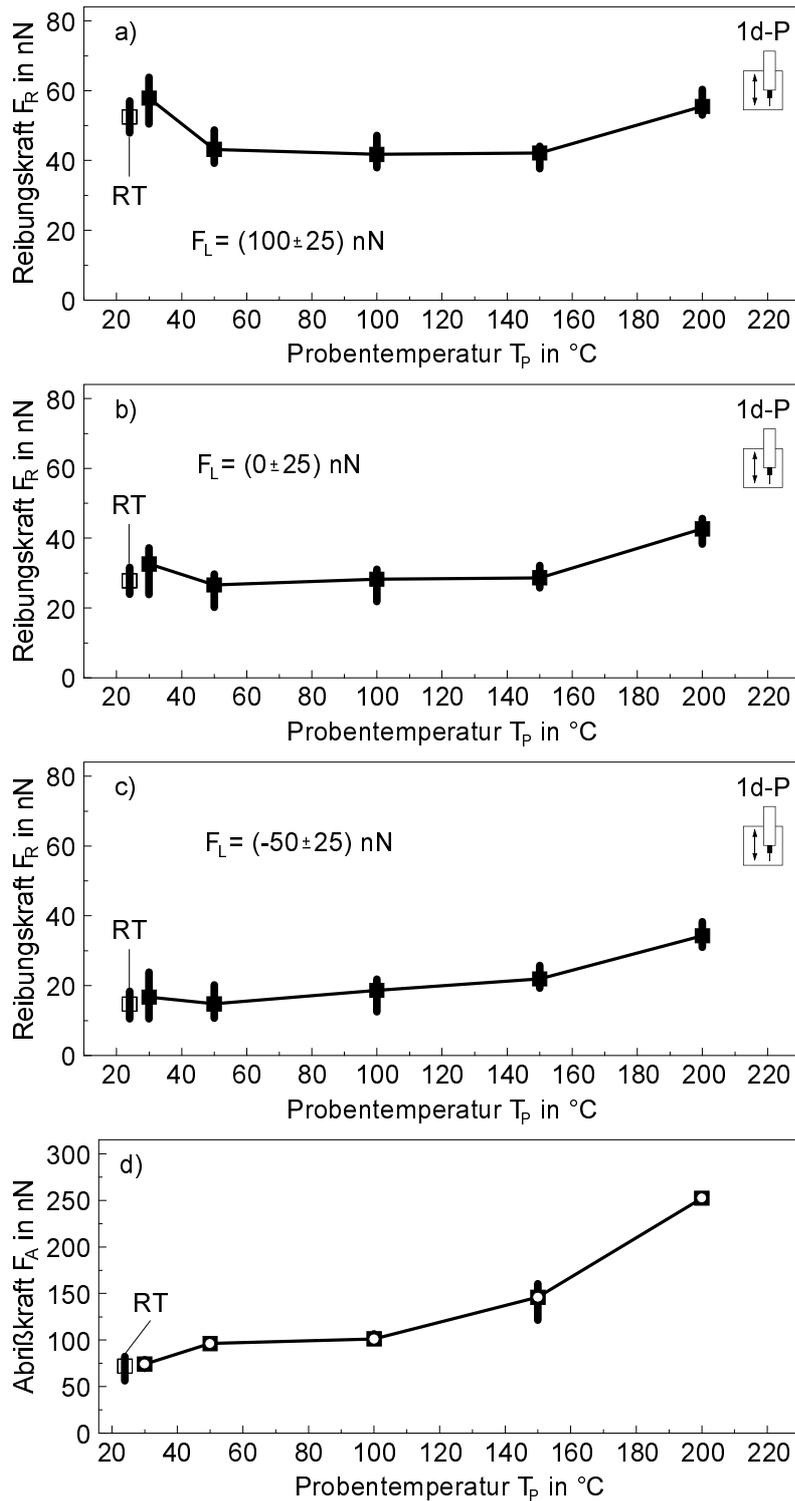
**Bild 4.22:** Minimale Reibungskraft  $F_{R,Abriß}$  (■) zwischen Silicium und Silicium sowie zugehörige Auflagekraft  $F_{L,Abriß}$  (□) für den Kontaktabriß aus der Gleitbewegung bei fallender Auflagekraftvariation bis zum Kontaktabriß in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\phi$ .

Der Kurvenverlauf  $F_{R,Abriß}(\phi)$  und  $F_{L,Abriß}(\phi)$  entsprach auch hier wieder weitgehend der Abhängigkeit der statischen Abrißkraft  $F_A(\phi)$  nach Bild 4.21d.

#### 4.1.4.4 Einfluß der Temperatur

Der Einfluß der Proben­temperatur auf die Reibungs- und Abrißkraft wurde zwischen Raumtemperatur (RT) und 200°C untersucht. Das **Bild 4.23** zeigt die Ergebnisse von Reibungskraftmessungen die unter Standardrasterparametern (**1d-P**) mit in der Versuchsabfolge steigender (für  $F_L > 0$ ) und fallender (für  $F_L < 0$ ) Auflagekraft durchgeführt wurden. Die Endbreite der Spitze betrug  $B_t \approx 200$  nm. Ausgehend von den Laborbedingungen ( $\phi \approx 33$  %, RT = 24°C) wurde die Proben­temperatur  $T_p$  auf 200°C mit Schrittweiten von  $\Delta T_p = 20$ -30 K erhöht. Die Haltezeit zur thermischen Stabilisierung vor dem jeweiligen Meßbeginn lag bei ca. 15 min. In der Aufheizphase befand sich die Spitze im statischen Kontakt mit der Proben­oberfläche, um deren Erwärmung auf die Proben­temperatur zu gewährleisten.

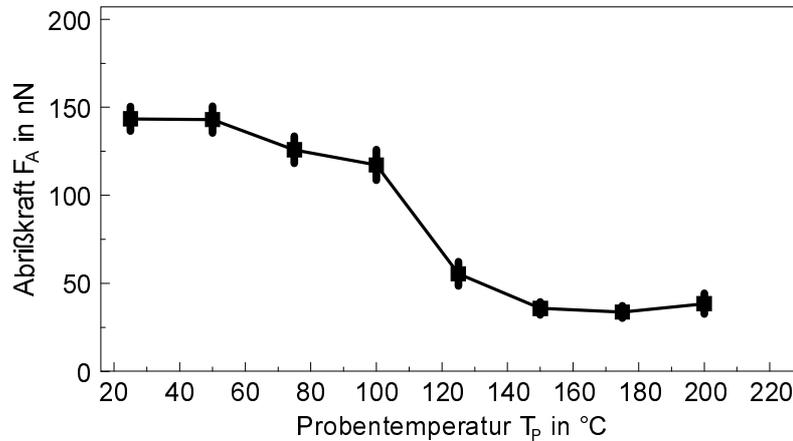
Zwischen den Messungen bei RT und den Messungen bei kontrollierter Proben­temperatur mit  $T_p = 30^\circ\text{C}$  war eine Zunahme der Reibungskraft um 3-5 nN zu beobachten. Bei  $F_L = (100 \pm 25)$  nN (Bild 4.23a) fiel die Reibungskraft mit steigender Temperatur bis  $T_p = 50^\circ\text{C}$  um etwa 10 nN ab und blieb anschließend bis  $T_p = 150^\circ\text{C}$  auf einem nahezu konstantem Niveau. Mit weiterer Temperaturerhöhung nahm die Reibungskraft dann auf ca. 55 nN bei  $T_p = 200^\circ\text{C}$  zu. Eine analoge Abhängigkeit wurde auch bei einer Auflagekraft von  $F_L = (0 \pm 25)$  nN (Bild 4.23b) und  $F_L = (-50 \pm 25)$  nN (Bild 4.23c) festgestellt, wobei mit abnehmender Auflagekraft die Differenz der Reibungskraft zwischen  $T_p = 30^\circ\text{C}$  und  $T_p = 50^\circ\text{C}$  herabgesetzt wurde.



**Bild 4.23:** Reibungskraft  $F_R$  und statische Abrißkraft  $F_A$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der Probentemperatur  $T_P$ :  
 a)  $F_L = (100 \pm 25)$  nN, b)  $F_L = (0 \pm 25)$  nN, c)  $F_L = (-50 \pm 25)$  nN,  
 d) statische Abrißkraft  $F_A(T_P)$ .

Das Bild 4.23d zeigt die zwischen den Reibungskraftmessungen registrierte statische Abrißkraft  $F_A(T_P)$ . Dabei war mit steigender Temperatur eine progressive Zunahme von etwa 75 nN bei  $T_P = 30^\circ\text{C}$  auf  $\approx 250$  nN bei  $T_P = 200^\circ\text{C}$  zu verzeichnen.

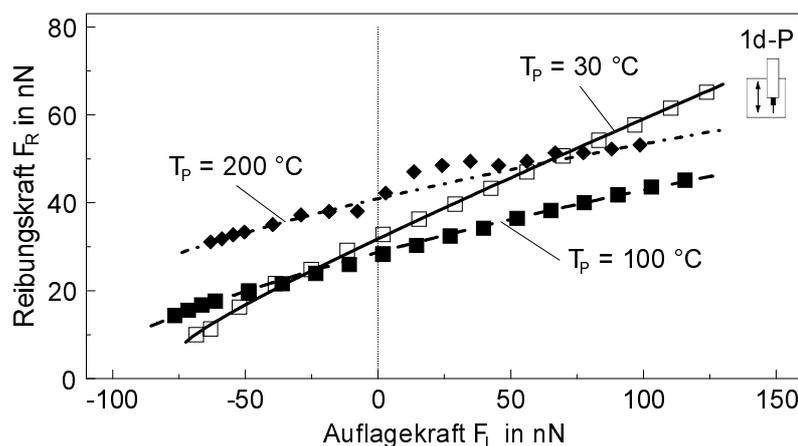
Die Abhängigkeit der statischen Abrißkraft von der Probentemperatur ohne vorhergehende Beanspruchung durch einen Reibungskontakt ist im **Bild 4.24** dargestellt.



**Bild 4.24:** Statische Abrißkraft  $F_A$  zwischen Silicium und Silicium ohne vorherigen Reibungskontakt in Abhängigkeit von der Probentemperatur  $T_P$ .

Dabei fiel die Abrißkraft mit steigender Temperatur im Bereich von RT bis 100°C von 143 nN auf 117 nN ab. Bei 125°C war mit 55 nN eine Halbierung der Abrißkraft gegenüber 100°C zu verzeichnen. Von 150 bis 200°C blieb die Abrißkraft dann mit 30-40 nN nahezu konstant auf einem im Vergleich zu den Raumtemperaturwerten niedrigerem Niveau.

Wie exemplarisch im **Bild 4.25** gezeigt wird, wurde unabhängig von der Probentemperatur für alle  $F_R(F_L)$ -Kurven und  $F_L > 0$  nN eine lineare Zunahme der Reibungskraft mit steigender Auflagekraft beobachtet. Die dargestellten Ergebnisse wurden den Meßreihen nach Bild 4.23 entnommen.



**Bild 4.25:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei  $T_P = 30^\circ\text{C}$ ,  $T_P = 100^\circ\text{C}$  und  $T_P = 200^\circ\text{C}$ .

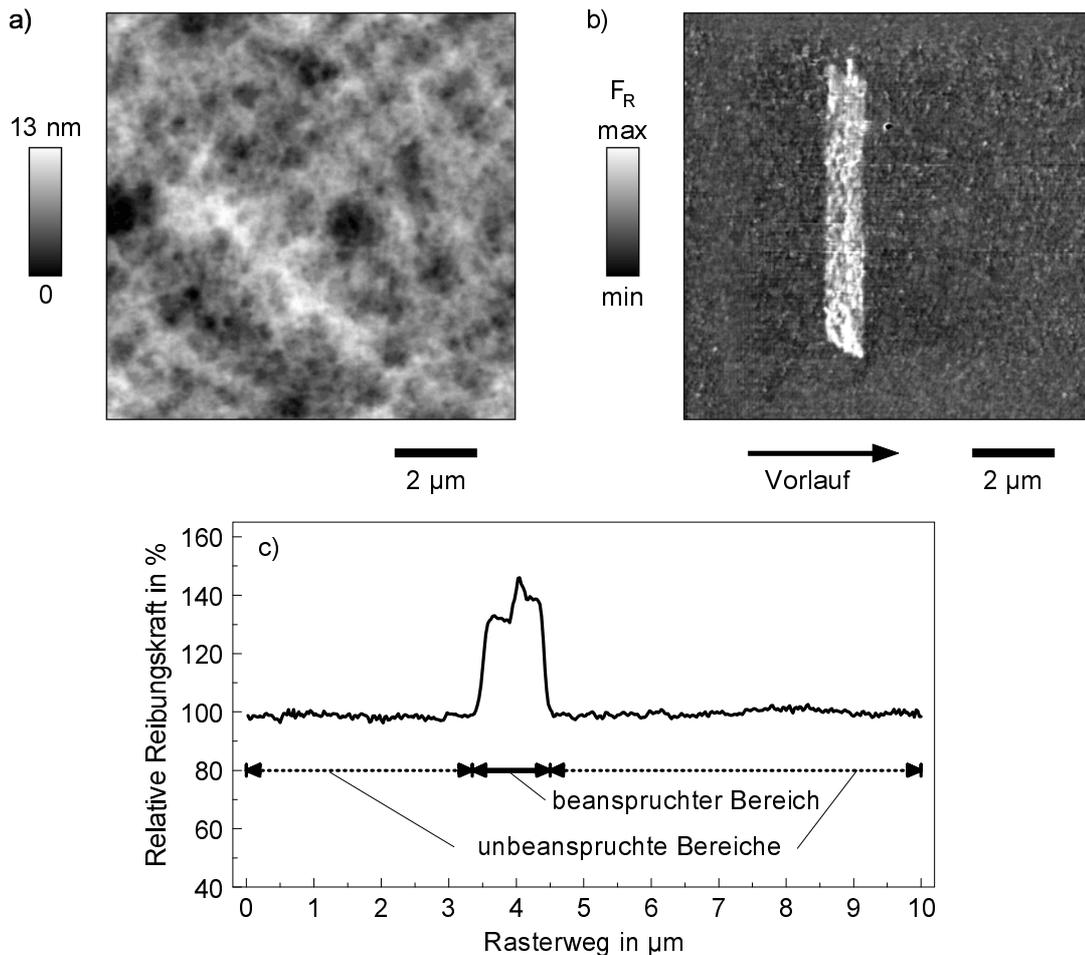
### 4.1.5 Oberflächenveränderungen durch den Reibungskontakt

Im Zusammenhang mit den Reibungskraftmessungen sind jeweils nach Versuchsende Übersichtsaufnahmen im Normalmode erstellt worden. Anhand der damit erhaltenen Reibungs-kontrastbilder wurden lokale Änderungen der Reibungskraft festgestellt, die eindeutig den in den vorhergehenden Untersuchungen beanspruchten Probenbereichen zuzuordnen waren. Die durch den Spitze-Probe-Kontakt belasteten Bereiche wiesen gegenüber den unbeanspruchten Oberflächen eine höhere Reibungskraft auf. Weiterhin war festzustellen, daß dieses Verhalten meist bei Luftfeuchten von  $\phi > 20\text{-}30\%$  auftrat, vereinzelt aber auch bei niedrigeren Feuchten, dabei jedoch mit geringerer Intensität registrierbar war. Bei den durchgeführten Temperaturversuchen wurden ebenfalls beanspruchte Oberflächenbereiche anhand der erhöhten Reibungskraft im Reibungs-kontrast identifiziert.

Um diese Oberflächenmodifikationen näher zu charakterisieren, wurden Bereiche mit erhöhter Reibungskraft gezielt erzeugt. Bei einer relativen Luftfeuchte von  $50\%$  wurden dazu Messungen im 1d-Mode mit einer Auflagekraft von  $75\text{ nN}$  und  $105\text{ nN}$  durchgeführt. Die Rasterrichtung lag parallel zur Cantileverlängsachse. Abweichend von den Standardparametern (**1d-P**) betrug hierbei der Gleitweg  $s_G$  pro Rasterlinie  $5\text{ }\mu\text{m}$ . Die Anzahl der Übergleitungen wurde zwischen 1 und 6000 variiert. Die Reibungs-kontrastaufnahmen und die zugehörigen Oberflächentopographien wurden jeweils mit einer Auflagekraft von ca.  $5\text{ nN}$  im Normalmode und den Rasterparametern (**2d-N10**) bzw. (**2d-N20**) erstellt.

Im Ergebnis dieser Messungen konnte eine Reibungskraftänderung nach einer einmaligen Übergleitung nicht in jedem Fall nachgewiesen werden. Erst nach mehrfacher Übergleitung einer Rasterlinie wurden Veränderungen im Reibungs-kontrast sichtbar. Dabei wurde eine Zunahme der Reibungskraft mit fortschreitender Beanspruchung durch weitere überlappende Übergleitungen festgestellt. So erhöhte sich die Reibungskraft relativ zur unbeanspruchten Oberfläche beispielsweise bei einer Meßreihe die mit einer Auflagekraft von  $75\text{ nN}$  durchgeführt wurde nach 10-100 Übergleitungen im Mittel um ca.  $8\%$ , nach 100-200 Übergleitungen um  $15\%$  und nach 200-400 Übergleitungen um rund  $29\%$ .

Die im **Bild 4.26** dargestellten Topographie- bzw. Reibungs-kontrastaufnahmen wurden nach einer Messung mit einer Auflagekraft von  $105\text{ nN}$  und insgesamt 6000 Übergleitungen einer Rasterlinie ( $s_G = 30\text{ }\mu\text{m}$ ) erstellt. Im Verlauf der Messung, die ca. 100 min dauerte, kam es, in Folge einer thermisch bedingten Probendrift, zu einer lateralen Verschiebung, die zu einer Verbreiterung des beanspruchten Bereiches (im Bild 4.26b hell) auf ca.  $1\text{ }\mu\text{m}$  führte. Unter der Annahme einer konstanten Drift und mit der im REM ermittelten Spitzenendbreite von ca.  $70\text{ nm}$  wurde die tatsächliche Beanspruchung für einen diskreten Probenbereich zu ca. 400-800 Übergleitungen abgeschätzt. Eine Veränderung der Topographie (Bild 4.26a) konnte im beanspruchten Bereich nicht nachgewiesen werden. Bild 4.26c zeigt die anhand der Reibungs-kontrastmessung (Bild 4.26b) ermittelte relative Reibungskraft für den beanspruchten und den unbeanspruchten Oberflächenbereich. Dabei wurde über alle horizontalen Rasterlinien des beanspruchten Bereiches gemittelt. Für den beanspruchten Bereich wurde im Mittel eine Reibungskraftzunahme von ca.  $37\%$  gegenüber dem unbeanspruchten Bereich festgestellt.

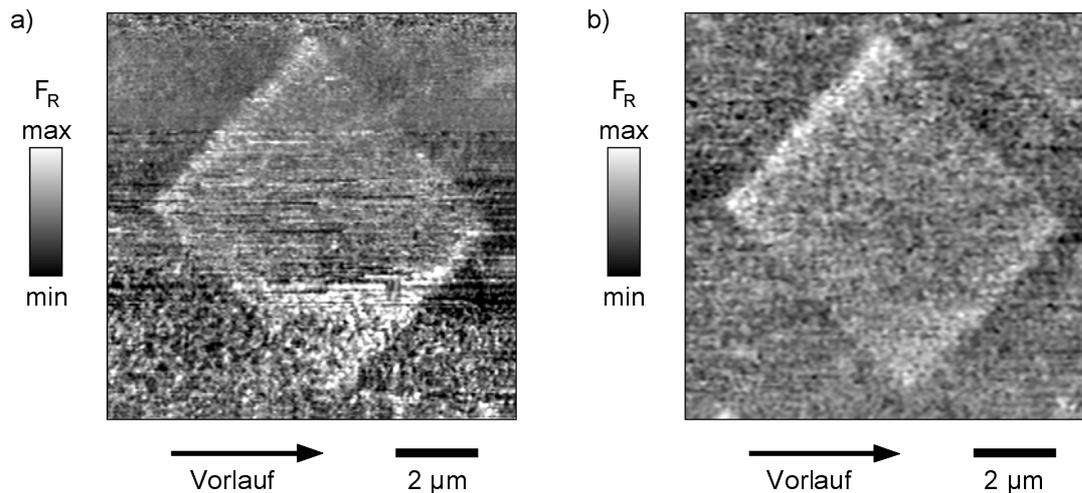


**Bild 4.26:** Reibungskontrast zwischen Silicium und Silicium nach mehrfacher überlappender Übergleitung mit einer Auflagekraft von  $F_L = 105$  nN:

- Topographie,
- Reibungskontrast in Vorlaufrichtung,
- Änderung der Reibungskraft im beanspruchten Bereich bezogen auf die Reibungskraft der unbeanspruchten Bereiche ( $F_{R, \text{unbeansprucht}} = 100$  %).

Zur Darstellung der Änderung der Reibungskraft an Flächen wurden Messungen im 2d-Mode durchgeführt. Die im **Bild 4.27a** gezeigte Reibungskontrastaufnahme einer Siliciumoberfläche entstand nach einer unter einem Rasterwinkel von  $45^\circ$  zur Cantileverlängsachse durchgeführten Rasterung (Rasterfeldgröße  $(5 \times 5) \mu\text{m}^2$ ) bei 50 % r.F. Das Feld wurde insgesamt 40 mal mit einer Auflagekraft von 105 nN überglitten. Die helleren Streifen der Rasterfeldbegrenzung im Bild 4.27 links oben und rechts unten markieren die Bereiche der Richtungsumkehr zwischen Vor- und Rücklaufbewegung und des Zeilenvorschubes (vgl. Bild 3.6, Kap. 3.2.1).

Innerhalb des Feldes wurde im Mittel eine um ca. 11-13 % größere Reibungskraft gegenüber dem unbeanspruchten Bereich festgestellt, an den Umkehrpunkten war die Reibungskraft ca. 20-30 % höher. Die im **Bild 4.27b** gezeigte Reibungskontrastaufnahme wurde nach einer Verweilzeit von etwa 70 Stunden bei 50 % r.F. in der Klimakammer erstellt. Die Differenz zwischen beanspruchtem und unbeanspruchtem Bereich innerhalb des Feldes lag immer noch bei 10-11 % und hatte sich demnach nicht wesentlich geändert.



**Bild 4.27:** Reibungskontrast in Vorlaufrichtung zwischen Silicium und Silicium an einer beanspruchten Siliciumoberfläche:

a)  $(5 \times 5) \mu\text{m}^2$  großes Rasterfeld nach 40-facher Übergleitung mit einer Auflagekraft von  $F_L = 105 \text{ nN}$  und b) Rasterfeld aus a) nach ca. 70 Stunden.

Vergleichbare Reibungskontraste beanspruchter Oberflächenbereiche wurden auch bei erhöhter Proben temperatur von bis zu  $200^\circ\text{C}$  und Haltezeiten von einer Stunde nachgewiesen.

Wie die Untersuchungen zeigten, nahm die mittlere Reibungskraft auf den beanspruchten Bereichen unabhängig von der Beanspruchung und den Versuchsparametern bei keiner Meßreihe um mehr als 40-50 % gegenüber der Reibungskraft auf den unbeanspruchten Bereichen zu.

## 4.2 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Einkristall (Saphir)

### 4.2.1 Oberflächencharakterisierung

Die Abbildung der Topographie der Saphirproben im Anlieferungszustand war mit dem RKM nur unter Einschränkungen möglich. Zum einen erwiesen sich die Oberflächen als sehr glatt und strukturlos, andererseits waren Verunreinigungen im Nanometerbereich zu verzeichnen, die eine Topographiemessung beeinträchtigten. Anhand der im Anlieferungszustand aufgenommenen Topographien ließen sich keine gesicherten Werte zur Oberflächenrauheit im Nanometerbereich ermitteln. Aus den Messungen ging aber hervor, daß für Probenbereiche  $\leq (150 \times 150) \mu\text{m}^2$  der vom Hersteller angegebene arithmetische Mittenrauhwert von  $R_a < 30 \text{ nm}$  deutlich unterschritten wurde.

Nach der zur Reinigung der Probenoberflächen durchgeführten Wärmebehandlung wiesen die Saphire in Abhängigkeit von ihrer kristallographischen Oberflächenorientierung charakteristische Nanometerstrukturen auf. Zur Veranschaulichung, sind in **Bild 4.28** bis **Bild 4.30** Oberflächentopographien und Linienprofile von Proben dargestellt, die bei  $1500^\circ\text{C}$  und einer Haltezeit von 5 Stunden an Luft getempert wurden. Zur Topographiemessung wurde das Standard-RKM eingesetzt. Die laterale Punktauflösung der  $(10 \times 10) \mu\text{m}^2$  großen Rasterfelder lag jeweils bei  $25 \text{ nm}$  und die Punktauflösung der  $(2 \times 2) \mu\text{m}^2$ -Felder bei  $10 \text{ nm}$ .

Für die im Bild 4.28a abgebildete Saphir-(C-Plane)-Oberfläche wurde ein flächenbezogener arithmetischer Mittenrauhwert von  $R_a = 0,8$  nm bei einer maximalen Rauhtiefe von  $R_{max} = 8,1$  nm ermittelt. Die Struktur der Oberfläche wies eine Vorzugsrichtung auf, die sich über die gesamte Fläche der Probe gleichmäßig fortsetzte. In Randbereichen wurde zum Teil eine Richtungsänderung festgestellt. Wie aus der in Bild 4.28d mit höherer Ortsauflösung gezeigten Abbildung ersichtlich, zeigt sich die geometrische Oberflächenstruktur als aus gegeneinander versetzten geneigten ebenen Oberflächenbereichen (Terrassen) zusammengesetzt. Die Breite der Terrassen war uneinheitlich und konnte einige hundert Nanometer betragen. Die Stufenhöhen waren  $< 10$  nm. Der Neigungswinkel der Flächen bezüglich der arithmetischen Mittellinie des Profils lag bei Werten um  $1^\circ$ . Auf den ebenen Bereichen konnten keine Höhenunterschiede mehr registriert werden, sie erschienen atomar glatt.

Die im Bild 4.29a dargestellte Saphir-(A-Plane)-Oberfläche wies einen Mittenrauhwert von  $R_a = 0,1$  nm bei einer maximalen Rauhtiefe von  $R_{max} = 1,0$  nm auf und war in ihrer geometrischen Oberflächenstruktur der C-Plane-Oberfläche vergleichbar, wobei die Rauheitskennwerte um etwa eine Größenordnung niedriger lagen. Die Breite der Terrassen variierte von 200-600 nm. Weiterhin wurde festgestellt, daß die Strukturen regelmäßiger ausgeprägt waren, wie anhand des im Bild 4.29d dargestellten Oberflächenausschnitts deutlich wird.

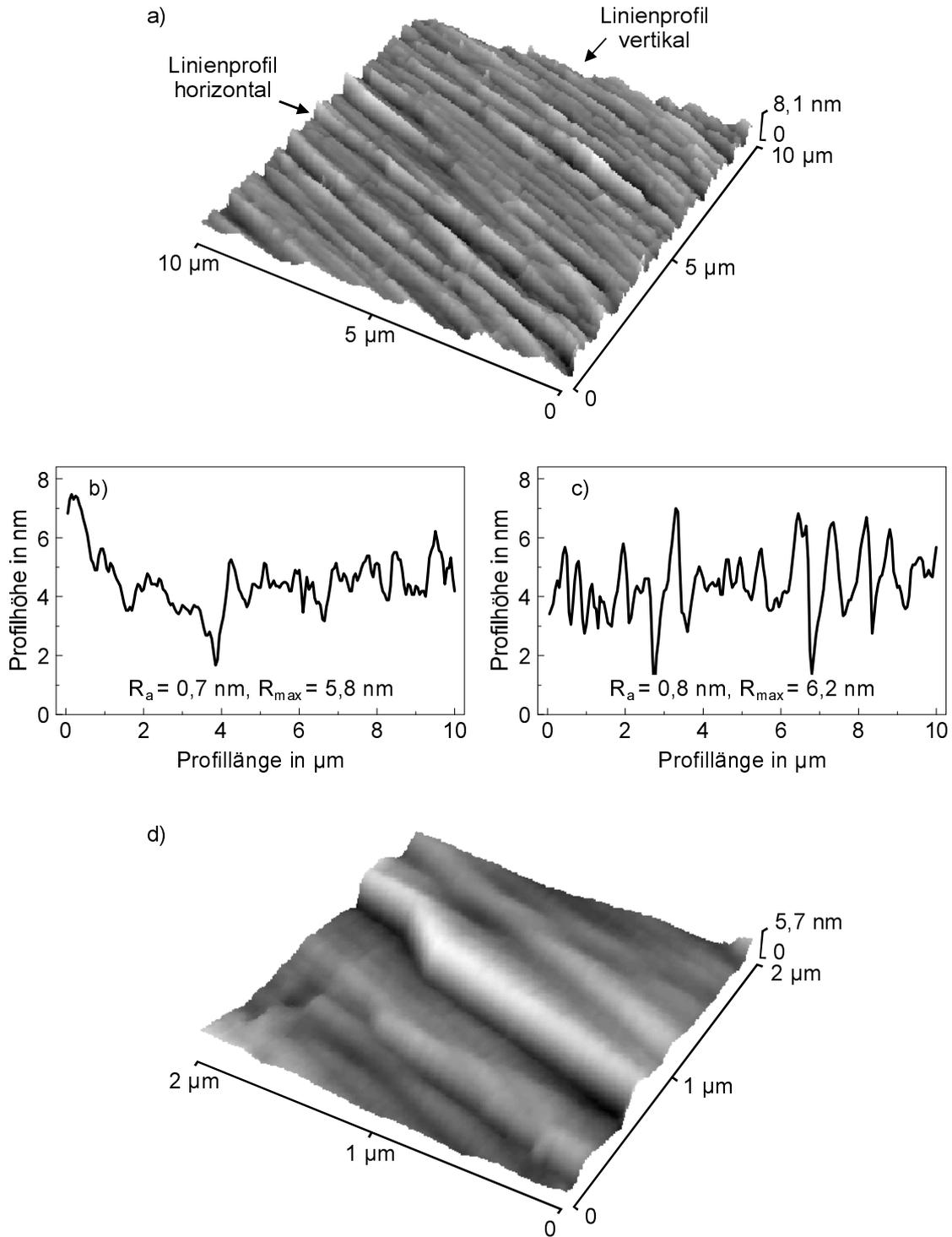
Für die im Bild 4.30a abgebildete Saphir-(R-Plane)-Oberfläche wurde ein Mittenrauhwert von  $R_a = 0,2$  nm und eine maximale Rauhtiefe von  $R_{max} = 3,9$  nm ermittelt. In der geometrischen Oberflächenstruktur waren keine Terrassen wie bei den untersuchten C- und A-Plane-Oberflächen erkennbar. Die Oberfläche wies eine ungleichmäßig gewellte Form auf, deren Vorzugsrichtung sich ebenfalls über die gesamte Probe fortsetzte. Der Abstand der Strukturwellen senkrecht zu ihrer Längsachse lag zwischen 25 nm und 300 nm (Bild 4.30d).

Bei den auf der R-Plane-Oberfläche abgebildeten Verrundungen handelte es sich vermutlich um die Abbildung der Geometrie der Spitze<sup>†</sup>. In diesem Fall ist anzunehmen, daß die R-Plane-Oberfläche eine mit den C- und A-Plane-Oberflächen vergleichbare Terrassenstruktur besaß, deren Strukturdicke unterhalb der geometrischen Abmessungen der Spitze lag.

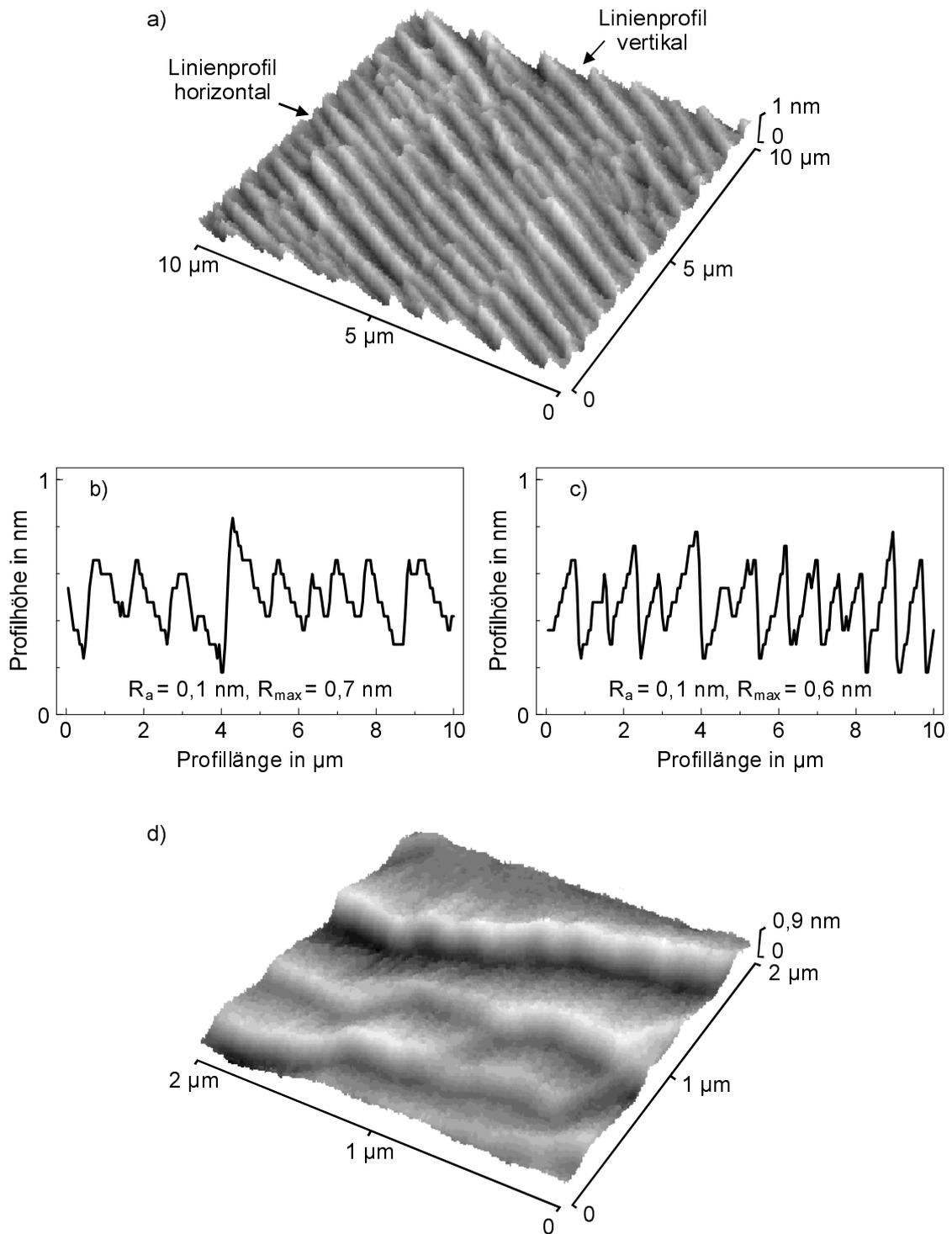
Bei einer Variation der Prozeßparameter zur Temperung der Proben im Temperaturbereich zwischen  $1200^\circ C$  und  $1500^\circ C$  und bei Haltezeiten von 2 bis 5 Stunden konnte bei allen drei untersuchten Oberflächenorientierungen festgestellt werden, daß die Höhe der Stufen und die Breite der Terrassen mit steigender Temperatur und Haltezeit zunahm.

---

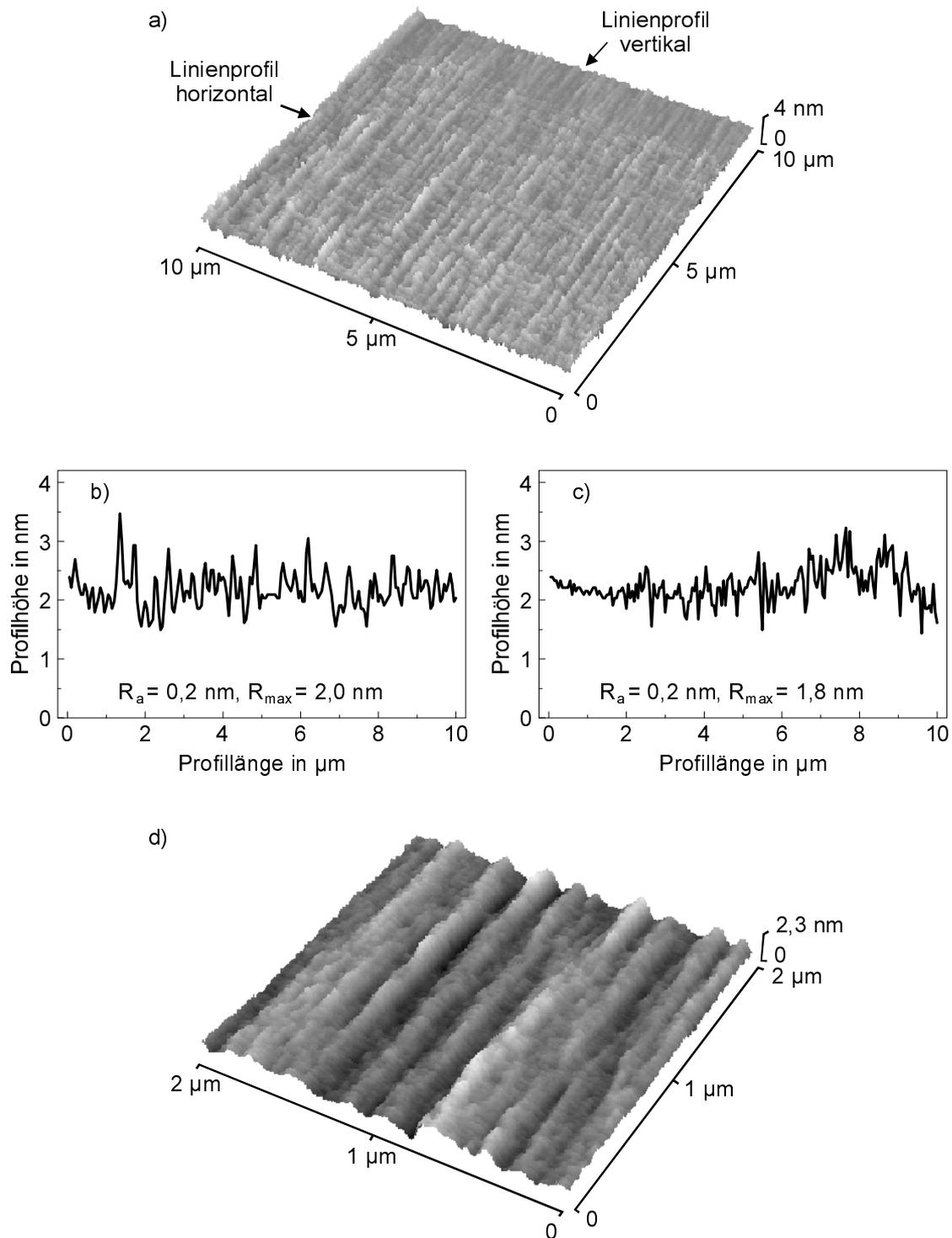
<sup>†</sup> siehe Kapitel 5.2: 'Charakterisierung der Siliciumspitzen'



**Bild 4.28:** Saphir-(C-Plane)-Probenoberfläche (getempert bei 1500°C und 5 h Haltezeit):  
 a) RKM-Topographie, Rasterfeld (10 x 10)  $\mu\text{m}^2$ ,  $R_a = 0,8 \text{ nm}$ ,  $R_{\text{max}} = 8,1 \text{ nm}$   
 b) horizontales und c) vertikales Linienprofil aus a),  
 d) RKM-Topographie, Rasterfeld (2 x 2)  $\mu\text{m}^2$ ,  $R_a = 0,8 \text{ nm}$ ,  $R_{\text{max}} = 5,6 \text{ nm}$ .



**Bild 4.29:** Saphir-(A-Plane)-Probenoberfläche (getempert bei  $1500^\circ\text{C}$  und 5 h Haltezeit):  
 a) RKM-Topographie, Rasterfeld  $(10 \times 10) \mu\text{m}^2$ ,  $R_a = 0,1 \text{ nm}$ ,  $R_{\text{max}} = 1,0$   
 b) horizontales und c) vertikales Liniensprofil aus a),  
 d) RKM-Topographie, Rasterfeld  $(2 \times 2) \mu\text{m}^2$ ,  $R_a = 0,1 \text{ nm}$ ,  $R_{\text{max}} = 1,0 \text{ nm}$ .

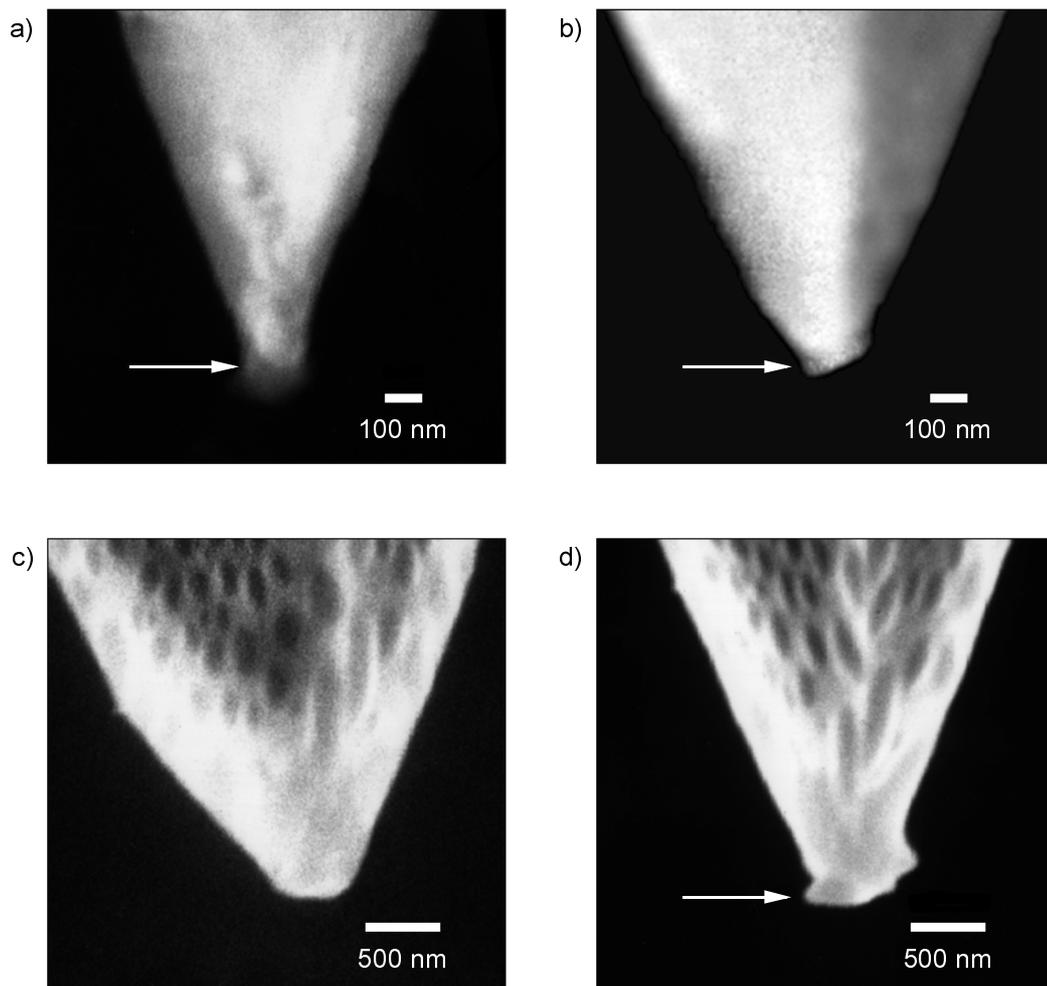


**Bild 4.30:** Saphir-(R-Plane)-Probenoberfläche (getempert bei 1500°C und 5 h Haltezeit):  
a) RKM-Topographie, Rasterfeld (10 x 10)  $\mu\text{m}^2$ ,  $R_a = 0,2 \text{ nm}$ ,  $R_{\text{max}} = 3,9 \text{ nm}$   
b) horizontales und c) vertikales Linienprofil aus a),  
d) RKM-Topographie, Rasterfeld (2 x 2)  $\mu\text{m}^2$ ,  $R_a = 0,2 \text{ nm}$ ,  $R_{\text{max}} = 2,3 \text{ nm}$ .

### 4.2.2 Siliciumspitzen im Reibungskontakt mit Saphir

Wie beim Reibungskontakt mit Silicium unterlagen die Si-Spitzen auch im Kontakt mit Saphir einem Verschleiß. Für die experimentellen Untersuchungen wurden deshalb primär bereits abgeplattete Si-Spitzen verwendet, die zuvor durch einen Reibungskontakt mit Silicium eine im REM kontrollierbare Spitzenendbreite zwischen 50 und 350 nm aufwiesen.

Nach den Reibungsmessungen auf den Saphiroberflächen war neben einer fortschreitenden Abplattung zusätzlich eine Anlagerung von Material am Spitzenende festzustellen, wie die im **Bild 4.31** dargestellten REM-Aufnahmen beispielhaft zeigen.



**Bild 4.31:** REM-Aufnahmen von auf Saphir verwendeten Si-Spitzen:

- a) Spitzenendbreite nach Versuchsdurchführung ca. 140 nm und
- b) Spitzenendbreite nach Versuchsdurchführung ca. 180 nm,
- c) eingefahrene Si-Spitze (Spitzenendbreite ca. 350 nm) vor und
- d) nach Versuchsdurchführung.

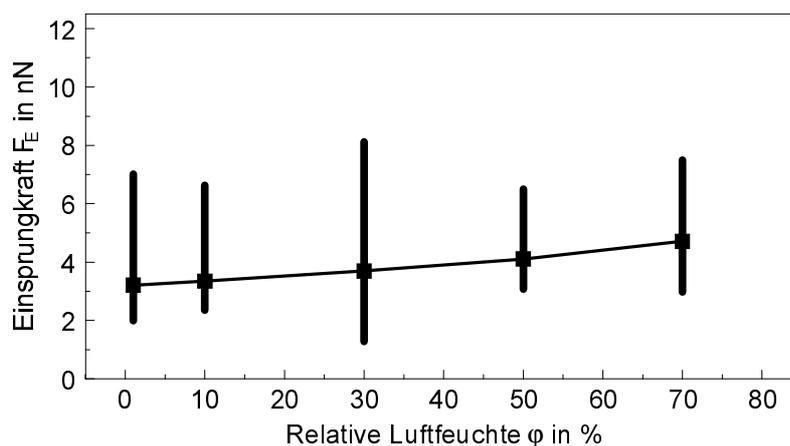
(Die Differenz in der Gesamtbreite der im Teilbild c und d gezeigten Spitze resultiert aus einer unterschiedlichen Verkipfung bei der REM-Untersuchung. Die Pfeile weisen jeweils auf anhaftendes Material am Spitzenende).

Eine deutliche Abgrenzung der Materialanlagerungen vom Grundmaterial der Spitzen war aufgrund der begrenzten Ortsauflösung bei der REM-Abbildung nicht möglich, so daß keine gesicherten Angaben zur Dicke dieser die Spitzenoberfläche bedeckenden Schicht getroffen werden konnten. Wegen des geringen Materialvolumens konnte auch keine Analyse der Elementzusammensetzung vorgenommen werden.

Die beobachteten Materialanlagerungen und die damit verbundene Bildung einer Schicht zwischen den Siliciumspitzen und den Saphiroberflächen im Kontakt führte zu erheblichen Streuungen der gemessenen Reibungskraft sowie der aus den Kraft-Weg-Messungen ermittelten Meßwerte und schränkte die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse deutlich ein.

### 4.2.3 Einsprung- und Abrißkraft

Die zwischen den Saphiroberflächen und den Siliciumspitzen aus Kraft-Weg-Messungen ermittelte **Einsprungskraft**  $F_E$  ist im **Bild 4.32** in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  aufgetragen. Im Mittel nahm die Einsprungskraft von 3,5 nN bei  $\varphi < 1\%$  auf ca. 4,7 nN bei  $\varphi = 70\%$  mit steigender Luftfeuchte nahezu linear zu.

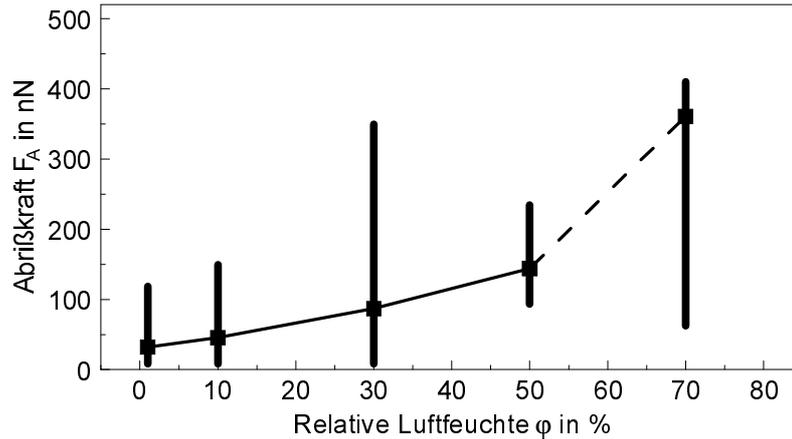


**Bild 4.32:** Einsprungskraft  $F_E$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ .

Die maximale Abweichung der Einzelmessungen von dem aus jeweils 60 Meßwerten ermittelten Medianwert betrug bis zu  $-2,5$  nN bzw.  $+5$  nN. Trotz dieser insgesamt hohen Streubreite lag die Standardabweichung der Meßwerte bei etwa  $\pm 1$  nN. Unterschiede zwischen den verschieden orientierten Oberflächen C-, A- und R-Plane sowie eine Abhängigkeit von der Meßabfolge oder der Vorbelastung der Siliciumspitzen durch einen Reibungskontakt sind nicht festgestellt worden.

Bei der Bestimmung der statischen **Abrißkraft**  $F_A$  zwischen den Saphiroberflächen und Silicium war im Mittel eine mit steigender relativer Luftfeuchte zunehmende Abrißkraft festzustellen. Dabei waren allgemein jedoch sehr hohe Meßwertstreuungen zu verzeichnen.

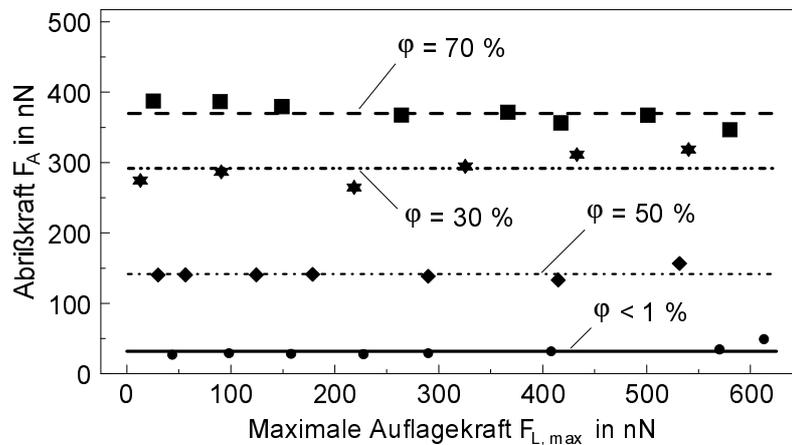
Das **Bild 4.33** zeigt die statische Abrißkraft  $F_A$  in Abhängigkeit der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ , wobei jeweils etwa 60 F-s-Messungen zur Bestimmung des Medianwertes der Abrißkraft  $F_A(\varphi)$  herangezogen wurden. Die Standardabweichung lag im Mittel bei ca. 65 nN.



**Bild 4.33:** Statische Abrißkraft  $F_A$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\phi$ .

Aus den im Verlauf von Reibungskraftmessungen aufgezeichneten Abrißkräften war es nicht möglich, eine Abhängigkeit von der Beanspruchung durch einen Reibungskontakt nachzuweisen. Vielmehr war vor allem bei Luftfeuchten von  $\phi = 70\%$  zu beobachten, daß sich die Abrißkraft ohne klar erkennbare Ursache spontan änderte, um dann über eine nicht näher festzulegende Zeitspanne oder Reibungsbeanspruchung hinweg auf einem nahezu konstanten Niveau zu verbleiben. Dieses Verhalten zeigte sich qualitativ bei allen durchgeführten Meßreihen und zwar unabhängig von der jeweils verwendeten Siliciumspitze bzw. deren Endbreite. Ein Unterschied zwischen den verschiedenen orientierten Oberflächen C-, A- und R-Plane war nicht festzustellen.

Unter Variation der maximalen Auflagekraft  $F_{L, \max}$  bei der F-s-Messung zeigte sich, daß im Rahmen der Meßunsicherheit bei der Bestimmung der Abrißkraft keine signifikante Abhängigkeit der Abrißkraft von der Auflagekraft zu beobachten war. Das **Bild 4.34** gibt exemplarisch die Ergebnisse einer Meßreihe wieder, bei der die Auflagekraft bei Luftfeuchten von  $\phi < 1, 30, 50$  bzw.  $70\%$  jeweils zwischen ca. 10 und 600 nN variiert wurde.



**Bild 4.34:** Statische Abrißkraft  $F_A$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der maximal aufgebrauchten Auflagekraft  $F_{L, \max}$  bei einer relativen Luftfeuchte von  $\phi < 1\%$ ,  $\phi = 30\%$ ,  $\phi = 50\%$  und  $\phi = 70\%$ .

## 4.2.4 Reibungskraft zwischen Saphir und Silicium

### 4.2.4.1 Einfluß der Topographie

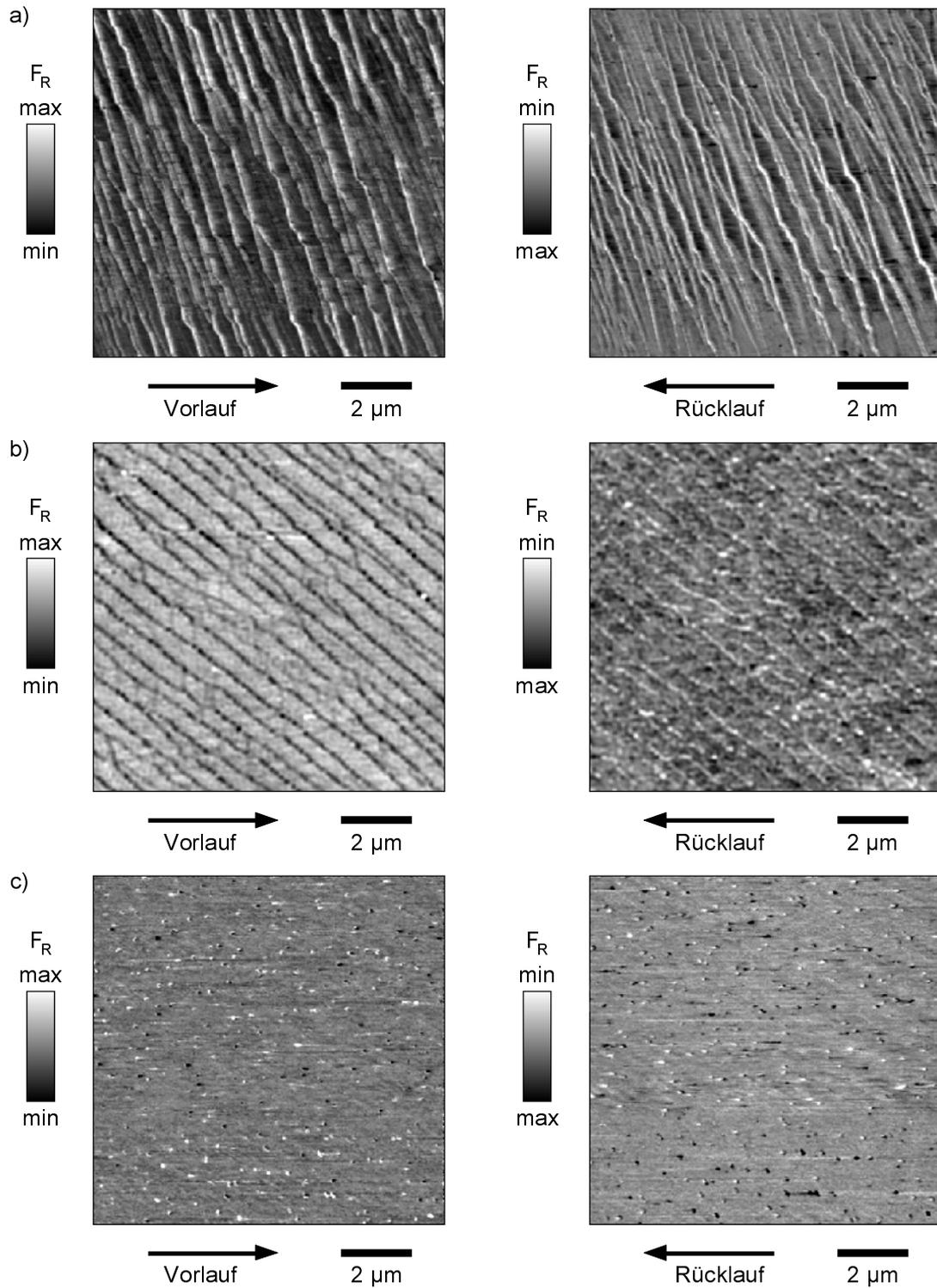
Der Einfluß der Oberflächentopographie auf die Messung der Reibungskraft im Gleitkontakt zwischen den Saphiroberflächen und den Siliciumspitzen wurde qualitativ anhand von Reibungskontrastmessungen im Normalmode untersucht. Im **Bild 4.35** werden dazu charakteristische Reibungskontrastbilder der Saphiroberflächen in den Orientierungen C-, A- und R-Plane jeweils in Vor- und Rücklaufrichtung einander gegenübergestellt. Die Messungen erfolgten unter Standardrasterparametern (**2d-N10**) mit einer Auflagekraft von ca. 10 nN und bei einer relativen Luftfeuchte von  $\phi = 50 \%$ .

Die in Bild 4.35a gezeigte C-Plane-Oberfläche wies deutlich sichtbare, durch die Oberflächentopographie bedingte Reibungskraftänderungen auf. Im Vorlauf wurde gegenüber den ebenen Bereichen eine Kraftüberhöhung und im Rücklauf eine Kraftminimierung an den Topographiestufen festgestellt. Der Betrag der Kraftänderung war für beide Rasterrichtungen nahezu identisch, so daß diese Änderungen aufgrund ihres umgekehrten Vorzeichens im statistischen Mittel ausgeglichen wurden und bei der Angabe der mittleren Reibungskraft zu vernachlässigen waren.

Bei dem im Bild 4.35b dargestellten Reibungskontrast an einer A-Plane-Oberfläche wurde an den Topographiestufen sowohl im Vor- als auch im Rücklauf eine kleinere Kraft als auf den ebenen Bereichen registriert. Der Betrag der Reibungskraftänderung lag bezüglich der mittleren Reibungskraft bei etwa 1-2 % und war somit vernachlässigbar klein.

An der R-Plane-Oberfläche Bild 4.35c waren nur lokale Änderungen festzustellen, die im Zusammenhang mit der Angabe der mittleren Reibungskraft ebenfalls vernachlässigbar klein waren. Topographiebedingte Reibungskraftänderungen waren hierbei nicht nachzuweisen.

Aufgrund dieser Untersuchungsergebnisse wurde für die Reibungskraftmessungen an den Saphiroberflächen davon ausgegangen, daß lokal auftretende Reibungskraftänderungen ausschließlich Kanteneffekten an Topographiestufen zuzuordnen waren, deren Einfluß auf die mittlere Reibungskraft als vernachlässigbar klein anzusehen war.

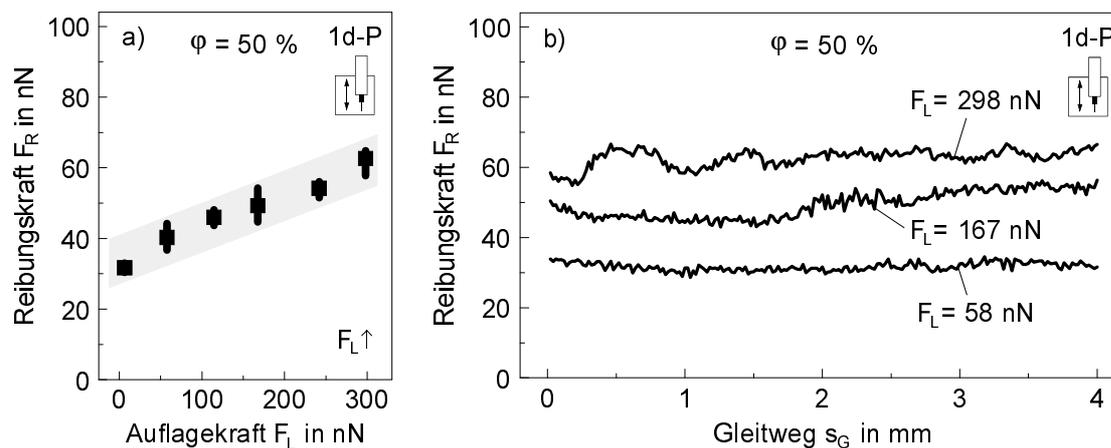


**Bild 4.35:** Reibungskontrast zwischen Saphir und Silicium in Vor- und Rücklaufrichtung:

- a) Reibungskontrast auf einer Saphir-(C-Plane)-Oberfläche,
- b) Reibungskontrast auf einer Saphir-(A-Plane)-Oberfläche,
- c) Reibungskontrast auf einer Saphir-(R-Plane)-Oberfläche.

### 4.2.4.2 Einfluß der Auflagekraft

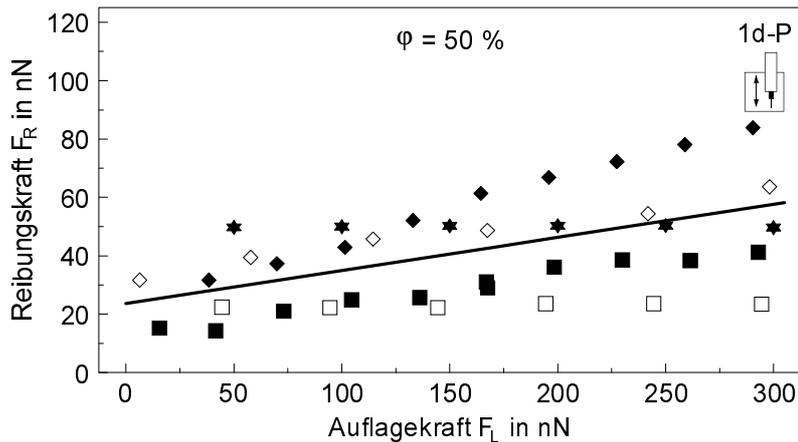
Bei den Messungen zur Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der extern durch den Cantilever aufgebrachtene Auflagekraft  $F_L$  zwischen den Saphiroberflächen und den Siliciumspitzen war eine mit steigender Auflagekraft zunehmende Reibungskraft festzustellen. Im **Bild 4.36** sind dazu die Ergebnisse einer bei einer relativen Luftfeuchte von  $\varphi = 50\%$  unter Standardrasterparametern (**1d-P**) durchgeführten Versuchsreihe dargestellt. Die Auflagekraft wurde hierbei in der Versuchsabfolge von 6 auf 298 nN erhöht ( $F_L \uparrow$ ).



**Bild 4.36:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei  $\varphi = 50\%$ :  
 a) mittlere Reibungskraft  $F_R$  (■) in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$ ,  
 b)  $F_R(F_L)$  über dem zurückgelegten Gleitweg  $s_G$  (zu a).

Die im Bild 4.36a angegebene Reibungskraft wurde über einem Gleitweg von  $s_G = 4$  mm bei jeweils konstanter Auflagekraft gemittelt. Die Streubalken und das graue Feld markieren näherungsweise den Bereich der Abweichungen der momentanen Reibungskraft von der für die einzelnen Rasterlinien über dem gesamten Gleitweg bestimmten mittleren Reibungskraft. Die Reibungskraft stieg von  $(32 \pm 1)$  nN bei  $F_L = 6$  nN auf  $(64 \pm 2,5)$  nN bei  $F_L = 298$  nN nahezu linear an. Im Bild 4.36b ist die Reibungskraft für  $F_L = 58$  nN,  $F_L = 167$  nN und  $F_L = 298$  nN jeweils über dem Gleitweg  $s_G$  aufgetragen. Dabei wurde festgestellt, daß eine Abweichung von  $\pm 8$  nN von der mittleren Reibungskraft nicht überschritten worden ist. Eine signifikante Abhängigkeit der Reibungskraft vom zurückgelegten Gleitweg war im Rahmen der Meßwertstreuungen bei keiner Messung zu beobachten.

Insgesamt erwiesen sich die Ergebnisse der Reibungsmessungen auf den Saphirproben als nur bedingt reproduzierbar. Der in verschiedenen Meßreihen registrierte Zusammenhang  $F_R(F_L)$  wies im Vergleich untereinander zum Teil erheblich voneinander abweichende Abhängigkeiten auf. Hierzu zeigt das **Bild 4.37** die Ergebnisse aus fünf Meßreihen, die jeweils unter Standardrasterparametern (**1d-P**) und bei einer relativen Luftfeuchte von  $\varphi = 50\%$  an Saphir-(A-Plane)-Oberflächen durchgeführt wurden.



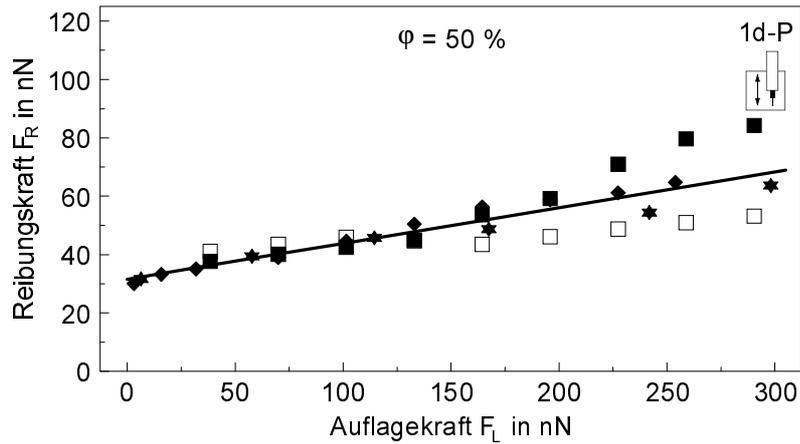
**Bild 4.37:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei einer relativen Luftfeuchte  $\varphi = 50\%$  ( $B_t = 50\text{-}200\text{ nm}$ ). Die Werte einer Meßreihe sind jeweils mit dem gleichen Symbol gekennzeichnet. Die durchgezogene Linie markiert die mittlere Reibungskraft  $F_R(F_L)$ .

Gleichwertige Resultate wurden auch bei Messungen an den C- und R-Plane Oberflächen ermittelt. Quantitative Unterschiede in der Reibungskraft zwischen den einzelnen Oberflächen waren dabei jedoch nicht feststellbar bzw. konnten im Rahmen der beobachteten Meßwertstreuung nicht voneinander abgegrenzt werden. Aus den Meßwerten war weder eine Korrelation zur Spitzenendbreite ( $B_t = 50\text{-}200\text{ nm}$ ) noch zur Versuchsabfolge bei der Variation der Auflagekraft ( $F_L \uparrow$  bzw.  $F_L \downarrow$ ) abzuleiten. Anhand der Meßergebnisse war insgesamt festzustellen, daß im Mittel eine lineare Zunahme der Reibungs- mit der Auflagekraft zu verzeichnen war. Dies wird im Bild 4.37 mit der durchgehenden Linie markiert, die die durch eine lineare Regression bestimmte mittlere Reibungskraft  $F_R(F_L)$  aus den diskreten Meßwerten darstellt.

Zum Vergleich der Abhängigkeiten der einzelnen Meßreihen kann der Anstieg ( $dF_R/dF_L$ ) der Meßwertkurven  $F_R(F_L)$  herangezogen werden, der für die im Bild 4.37 gezeigten Ergebnisse zwischen 0,005 und 0,22 differierte und im Mittel bei ca. 0,1 lag. Die Unterschiede in der Abhängigkeit  $F_R(F_L)$  waren dabei nicht auf die Streuung der Meßwerte innerhalb einer Meßreihe zurückzuführen. Diese lagen zum Teil mit  $\pm 2\text{ nN}$  deutlich unterhalb der aus Bild 4.36 abzuleitenden Meßwertstreuung.

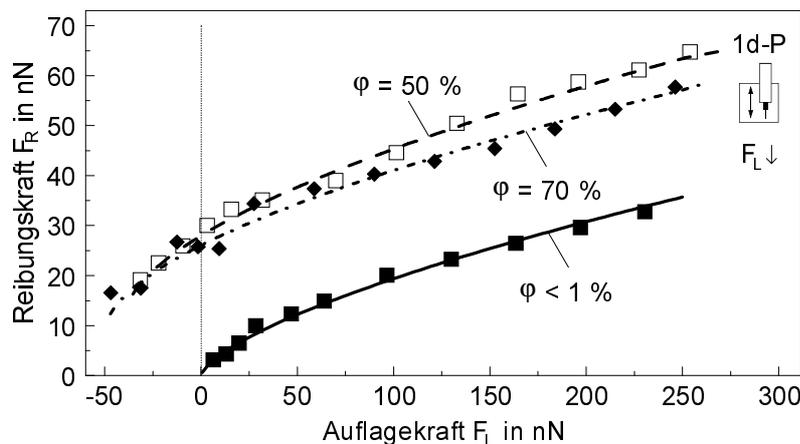
Bei den Messungen zeigte sich auch, daß es unabhängig von der relativen Luftfeuchte bereits bei kleiner positiver Auflagekraft (i.a.  $F_L < 50\text{ nN}$ ) oft zu einem spontanen Kontaktabriß aus der Gleitbewegung heraus kommen konnte. Dieses Verhalten war besonders an den C-Plane-Oberflächen zu beobachten. Eine kontrollierte Reduzierung der Auflagekraft  $< 50\text{ nN}$  war deshalb trotz einer hohen Abrißkraft nur in wenigen Fällen durchzuführen.

Bei der Messung mit breiteren Spitzen ( $B_t > 250\text{ nm}$ ) war eine Konsolidierung der Meßergebnisse festzustellen. Das **Bild 4.38** zeigt hierzu die Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$ , die anhand von vier unter Standardrasterparametern (**1d-P**) und bei einer relativen Luftfeuchte von 50 % an Saphir-(A-Plane)-Oberflächen durchgeführten Meßreihen ermittelt wurde.



**Bild 4.38:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei einer relativen Luftfeuchte  $\varphi = 50 \%$  ( $B_t > 250 \text{ nm}$ ). Die Werte einer Meßreihe sind jeweils mit dem gleichen Symbol gekennzeichnet. Die durchgezogene Linie markiert die mittlere Reibungskraft  $F_R(F_L)$ .

Dabei war eine lineare Zunahme der Reibungskraft mit steigender Auflagekraft festzustellen. Der mittlere Anstieg ( $dF_R/dF_L$ ) der Meßwertkurven  $F_R(F_L)$  lag bei ca. 0,15. Die Differenz der Reibungskraft zwischen den einzelnen Meßreihen war für eine Auflagekraft  $F_L < 150 \text{ nN}$  vergleichsweise gering (vgl. Bild 4.37). Größere Abweichungen wurden erst mit ansteigender Auflagekraft  $> 150 \text{ nN}$  beobachtet. Offenbar lagen definiertere Kontaktverhältnisse vor, als bei der Verwendung von Spitzen mit kleinerer Endbreite. Damit war es auch möglich, Messungen mit  $F_L < 50 \text{ nN}$  durchzuführen, wie die im **Bild 4.39** gezeigten Meßergebnisse exemplarisch belegen. Dargestellt wird die Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  für Luftfeuchten von  $\varphi < 1\%$  und  $\varphi = 70 \%$  im Vergleich zur Reibungskraft  $F_R(F_L)$  bei  $\varphi = 50 \%$ . Die Messungen wurden unter Standardrasterparametern (**1d-P**) und mit einer Spitze von  $B_t \approx 350 \text{ nm}$  durchgeführt. Bei jeweils konstanter Luftfeuchte erfolgte die Variation der Auflagekraft in fallender Abfolge bis zum Kontaktabriß.

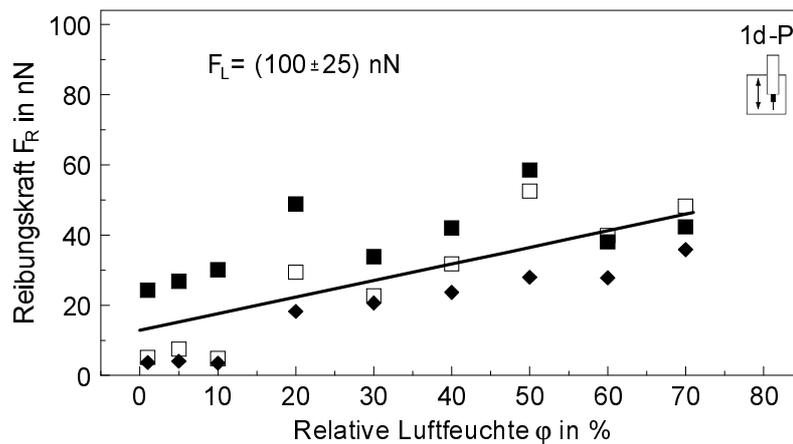


**Bild 4.39:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei  $\varphi < 1 \%$ ,  $\varphi = 50 \%$  und  $\varphi = 70 \%$  und fallender Auflagekraftvariation bis zum Kontaktabriß.

Dabei deutete sich unabhängig von der relativen Luftfeuchte für  $F_L < 50$  nN eine nichtlineare Abhängigkeit  $F_R(F_L)$  an, während für  $F_L > 50$  nN eine lineare Zunahme beobachtet wurde.

#### 4.2.4.3 Einfluß der relativen Luftfeuchte

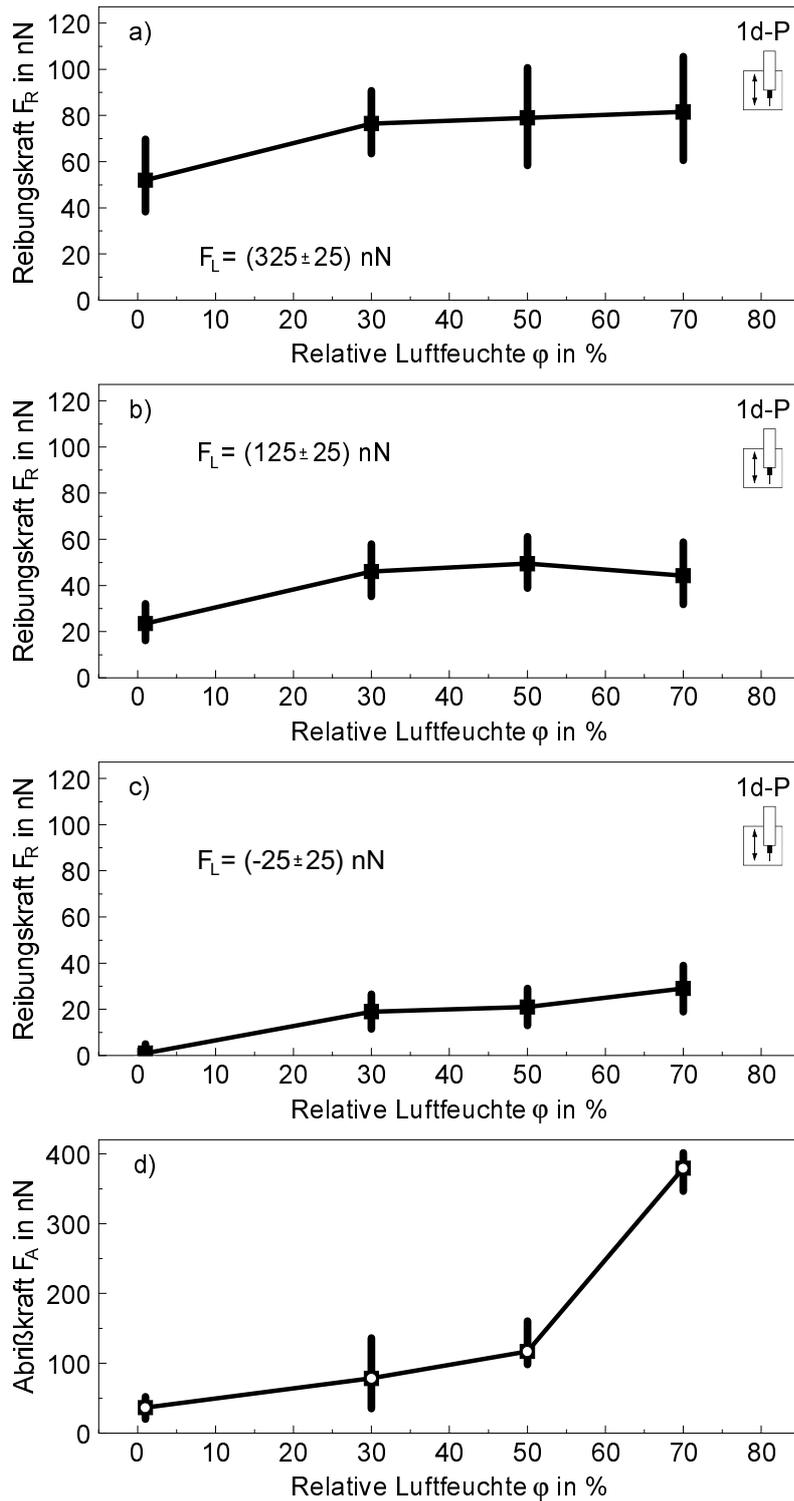
Der Einfluß der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  auf die Reibungskraft  $F_R$  zwischen den Saphiroberflächen im Gleitkontakt mit Silicium wurde bei einer relativen Luftfeuchte von  $\varphi < 1$  % bis 70 % untersucht. Das **Bild 4.40** zeigt die Meßergebnisse von Untersuchungen, die an A-Plane-Oberflächen bei  $F_L = (100 \pm 25)$  nN mit unterschiedlichen Siliciumspitzen einer Endbreite von  $B_t = 50$ -200 nm durchgeführt wurden.



**Bild 4.40:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  bei  $F_L = (100 \pm 25)$  nN. Die Werte einer Meßreihe sind jeweils mit dem gleichen Symbol gekennzeichnet. Die durchgezogene Linie markiert die mittlere Reibungskraft  $F_R(\varphi)$ .

Im Mittel war dabei näherungsweise eine lineare Zunahme der Reibungskraft mit steigender Luftfeuchte zu beobachten, die im Bild 4.40 mit der durchgezogenen Linie markiert ist. Die Meßwerte unterlagen hierbei großen Streuungen. An den C- und R-Plane Oberflächen ergaben sich gleichwertige Resultate, wobei anhand der Meßwerte keine Unterscheidung zwischen den einzelnen Oberflächen feststellbar war. Ein Zusammenhang zwischen der Reibungskraft  $F_R(\varphi)$  und der Spitzenendbreite war aufgrund der großen Meßwertstreuungen nicht abzuleiten.

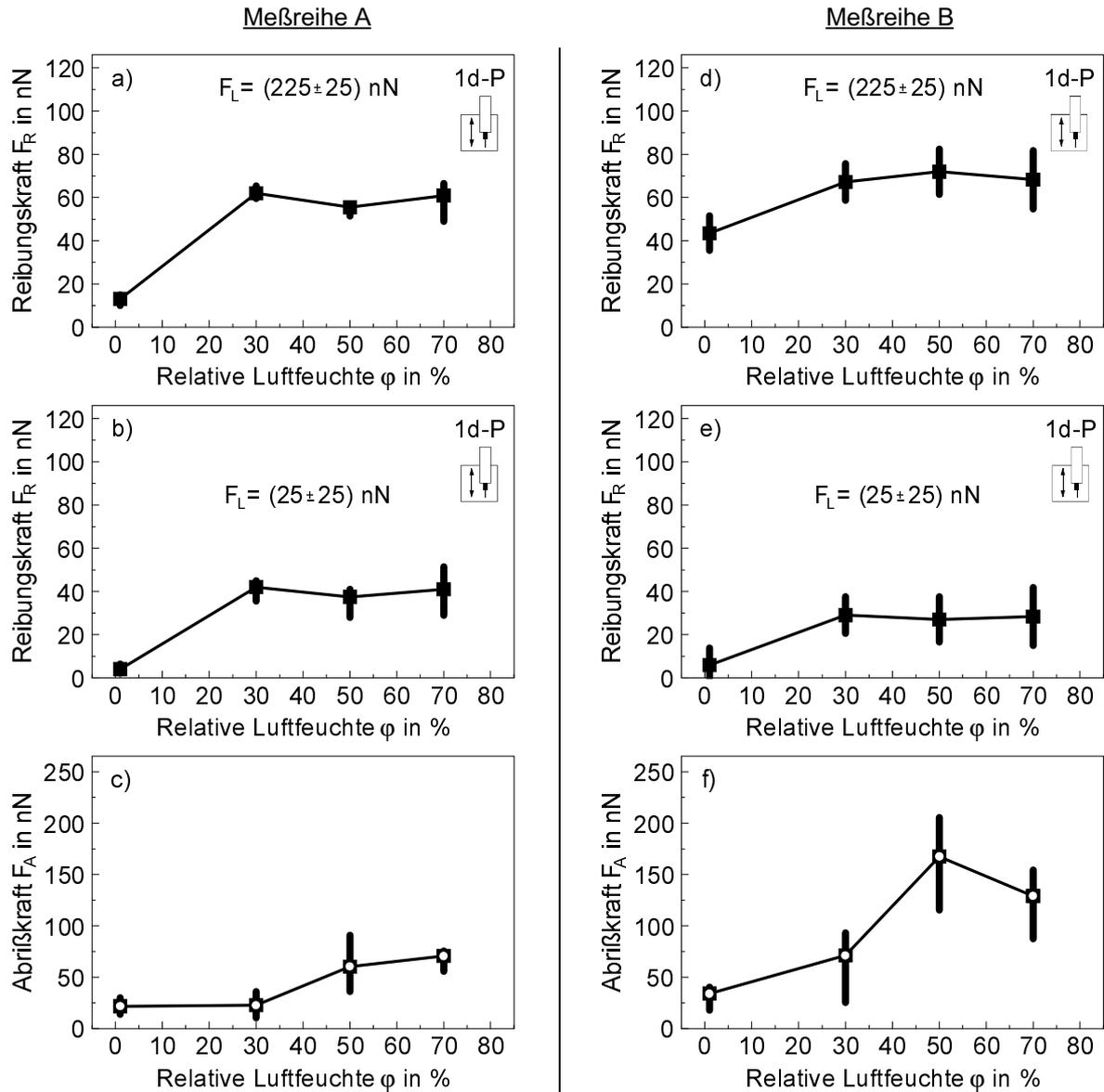
Die im **Bild 4.41** dargestellten Ergebnisse wurden an einer Saphir-(A-Plane)-Oberfläche ermittelt. Die Messungen erfolgten unter Standardrasterparametern (**1d-P**) mit einer Siliciumspitze die eine Endbreite von etwa 350 nm aufwies. Um die Beanspruchung der Spitze zu minimieren, wurde die Variation der Luftfeuchte auf  $\varphi < 1$  %,  $\varphi = 30$  %,  $\varphi = 50$  % und  $\varphi = 70$  % beschränkt. Die Teilbilder Bild 4.41a-c zeigen die Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  für  $F_L = (325 \pm 25)$  nN,  $F_L = (125 \pm 25)$  nN und  $F_L = (-25 \pm 25)$  nN. Anhand der im Verlauf der Reibungskraftmessungen aufgezeichneten Kraft-Weg-Kurven wurde die zugehörige Abrißkraft  $F_A$  ermittelt. Eine Differenzierung zwischen der Abrißkraft jeweils vor bzw. nach der Reibungskraftmessung war im Rahmen der Meßwertstreuung nicht gegeben. Im Bild 4.41d ist die ermittelte Abrißkraft  $F_A$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  aufgetragen.



**Bild 4.41:** Reibungskraft  $F_R$  und statische Abrißkraft  $F_A$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ :  
 a)  $F_L = (325 \pm 25) \text{ nN}$ , b)  $F_L = (125 \pm 25) \text{ nN}$ , c)  $F_L = (-25 \pm 25) \text{ nN}$ ,  
 d) statische Abrißkraft  $F_A(\varphi)$ .

Bemerkenswert an den gezeigten Ergebnissen ist vor allem, daß die Zunahme der Abrißkraft mit steigender Luftfeuchte von  $F_A(\varphi = 30\%) \approx 80$  nN auf  $F_A(\varphi = 50\%) \approx 120$  nN und weiter auf  $F_A(\varphi = 70\%) \approx 380$  nN offensichtlich keine Rückwirkung auf die Größe der Reibungskraft hatte, die zwischen  $\varphi = 30$  und  $70\%$  bei gegebener Auflagekraft nahezu konstant war.

Weitere Messungen zeigten, daß keine eindeutige Korrelation zwischen der Abrißkraft  $F_A$  und der Reibungskraft  $F_R$  bestand. Um dies zu veranschaulichen werden im **Bild 4.42** die Ergebnisse zweier Meßreihen (A, B) einander gegenübergestellt, die unter Standardrasterparametern (**1d-P**) mit einer Siliciumspitze von  $B_t = 290$  nm ermittelt wurden.



**Bild 4.42:** Reibungskraft  $F_R$  und statische Abrißkraft  $F_A$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ :

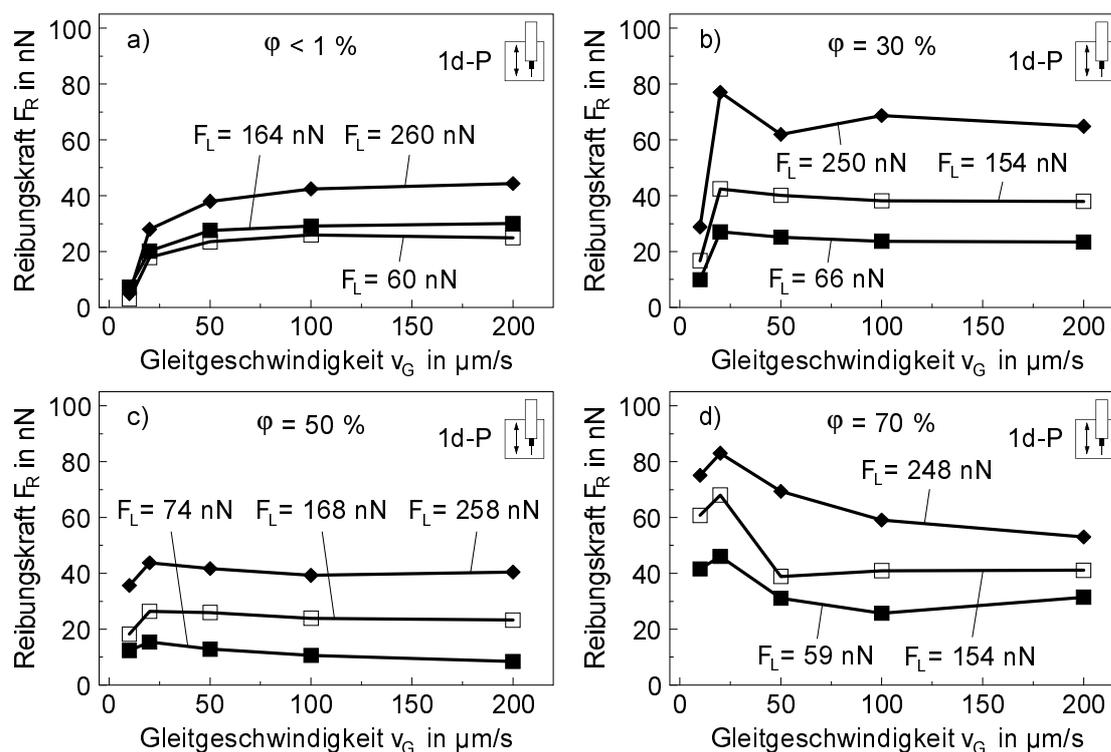
Meßreihe A: a)  $F_L = (225 \pm 25)$  nN, b)  $F_L = (25 \pm 25)$  nN, c) Abrißkraft  $F_A(\varphi)$ ,

Meßreihe B: d)  $F_L = (225 \pm 25)$  nN, e)  $F_L = (25 \pm 25)$  nN, f) Abrißkraft  $F_A(\varphi)$ .

Während für  $\varphi \geq 30\%$  die Reibungskraft bei gegebener Auflagekraft im Rahmen der Meßwertstreuung in beiden Meßreihen nahezu gleich war, wies die Abrißkraft für die Meßreihe B um den Faktor 2-4 höhere Werte im Vergleich zur Meßreihe A auf (Bild 4.42c und f).

#### 4.2.4.4 Einfluß der Gleitgeschwindigkeit

Das **Bild 4.43** zeigt die Reibungskraft  $F_R$  zwischen einer Saphir-(A-Plane)-Oberfläche und einer Siliciumspitze ( $B_t \approx 350\text{ nm}$ ) in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit  $v_G$  bei einer relativen Luftfeuchte von  $\varphi < 1\%$ ,  $\varphi = 30\%$ ,  $\varphi = 50\%$  und  $\varphi = 70\%$ . Die Messungen erfolgten unter Standardrasterparametern (**1d-P**), wobei abweichend davon eine Gleitgeschwindigkeit von  $v_G = 10, 20, 50, 100$  bzw.  $200\ \mu\text{m/s}$  eingestellt wurde.

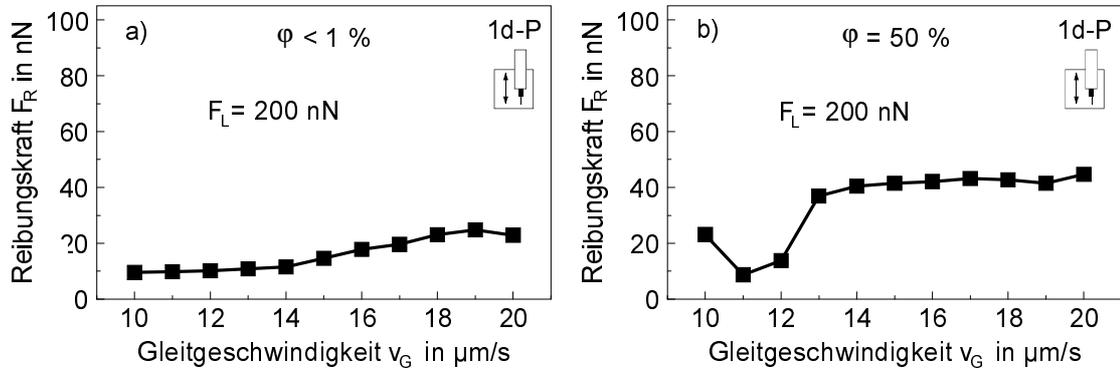


**Bild 4.43:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit  $v_G$ :  
a)  $\varphi < 1\%$ , b)  $\varphi = 30\%$ , c)  $\varphi = 50\%$  und d)  $\varphi = 70\%$ .

Für alle Luftfeuchten war bei gegebener Gleitgeschwindigkeit eine mit steigender Auflagekraft zunehmende Reibungskraft festzustellen. Bei  $\varphi < 1\%$  (Bild 4.43a) stieg die Reibungskraft mit wachsender Gleitgeschwindigkeit nichtlinear an, wobei für  $v_G < 50\ \mu\text{m/s}$  die Zunahme der Reibungskraft im Vergleich zu  $v_G > 50\ \mu\text{m/s}$  stärker war.

Für  $\varphi \geq 30\%$  wurde eine Zunahme der Reibungskraft mit Erhöhung der Gleitgeschwindigkeit von  $v_G = 10\ \mu\text{m/s}$  auf  $v_G = 20\ \mu\text{m/s}$  beobachtet, wobei jeweils in Abhängigkeit von der gegebenen Auflagekraft bei  $v_G = 20\ \mu\text{m/s}$  die höchste Reibungskraft registriert wurde. Dieses Verhalten war bei 30 und 70 % r.F. am auffallendsten (Bild 4.43b und d). Für  $v_G > 20\ \mu\text{m/s}$  fiel die Reibungskraft mit steigender Gleitgeschwindigkeit wieder ab.

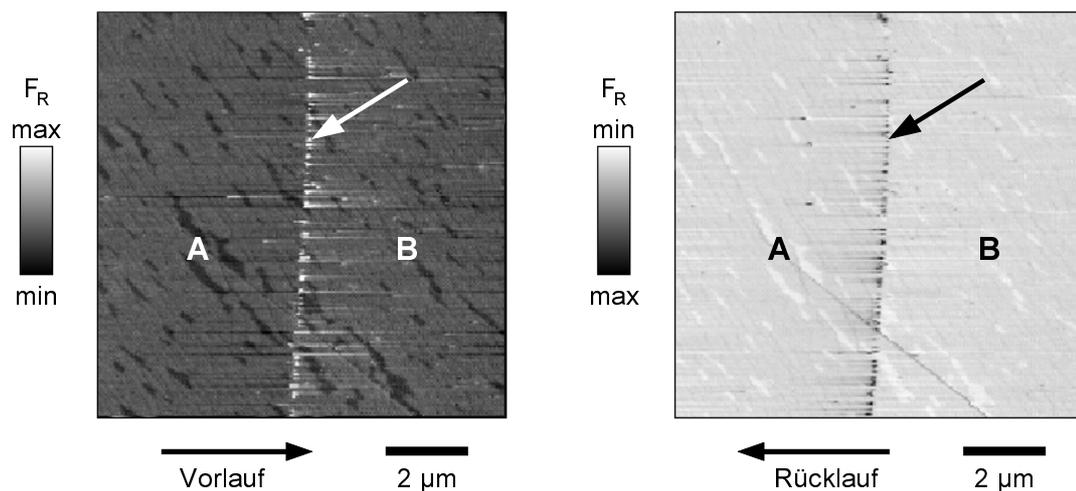
Bei kleinerer Geschwindigkeitsabstufung zwischen 10 und 20  $\mu\text{m/s}$  wurde für  $\varphi < 1\%$  eine Zunahme der Reibungskraft mit steigender Gleitgeschwindigkeit beobachtet (**Bild 4.44a**). Für 30-70 % r.F. wurde dagegen ein Minimum der Reibungskraft zwischen  $v_G = 11$  und  $14 \mu\text{m/s}$  festgestellt, wie das **Bild 4.44b** für  $\varphi = 50\%$  zeigt.



**Bild 4.44:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir (A-Plane) und Silicium in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit  $v_G$  bei  $F_L = 200 \text{ nN}$ : a)  $\varphi < 1\%$  und b)  $\varphi = 50\%$ .

#### 4.2.5 Oberflächenveränderungen durch den Reibungskontakt

Anhand der jeweils vor und nach Durchführung von Reibungskraftmessungen aufgenommenen Übersichtsaufnahmen im Normalmode konnten beanspruchte Oberflächenbereiche oft nur durch punktuelle Störungen im Reibungscontrastbild identifiziert werden, die, wie das **Bild 4.45** zeigt, an den Rändern vorher beanspruchter Rasterbereiche beobachtet wurden. Eine Änderung der Reibungskraft zwischen beanspruchten und unbeanspruchten Bereichen war in der überwiegenden Anzahl der Messungen nicht festgestellt worden.



**Bild 4.45:** Reibungscontrast zwischen Saphir und Silicium in Vor- und Rücklaufrichtung an einer Saphir-(A-Plane)-Oberfläche nach Beanspruchung. Der Pfeil weist auf den Rand des Rasterfeldes aus der vorhergehenden Messung (Bereich 'A') gegenüber der unbeanspruchten Oberfläche (Bereich 'B').

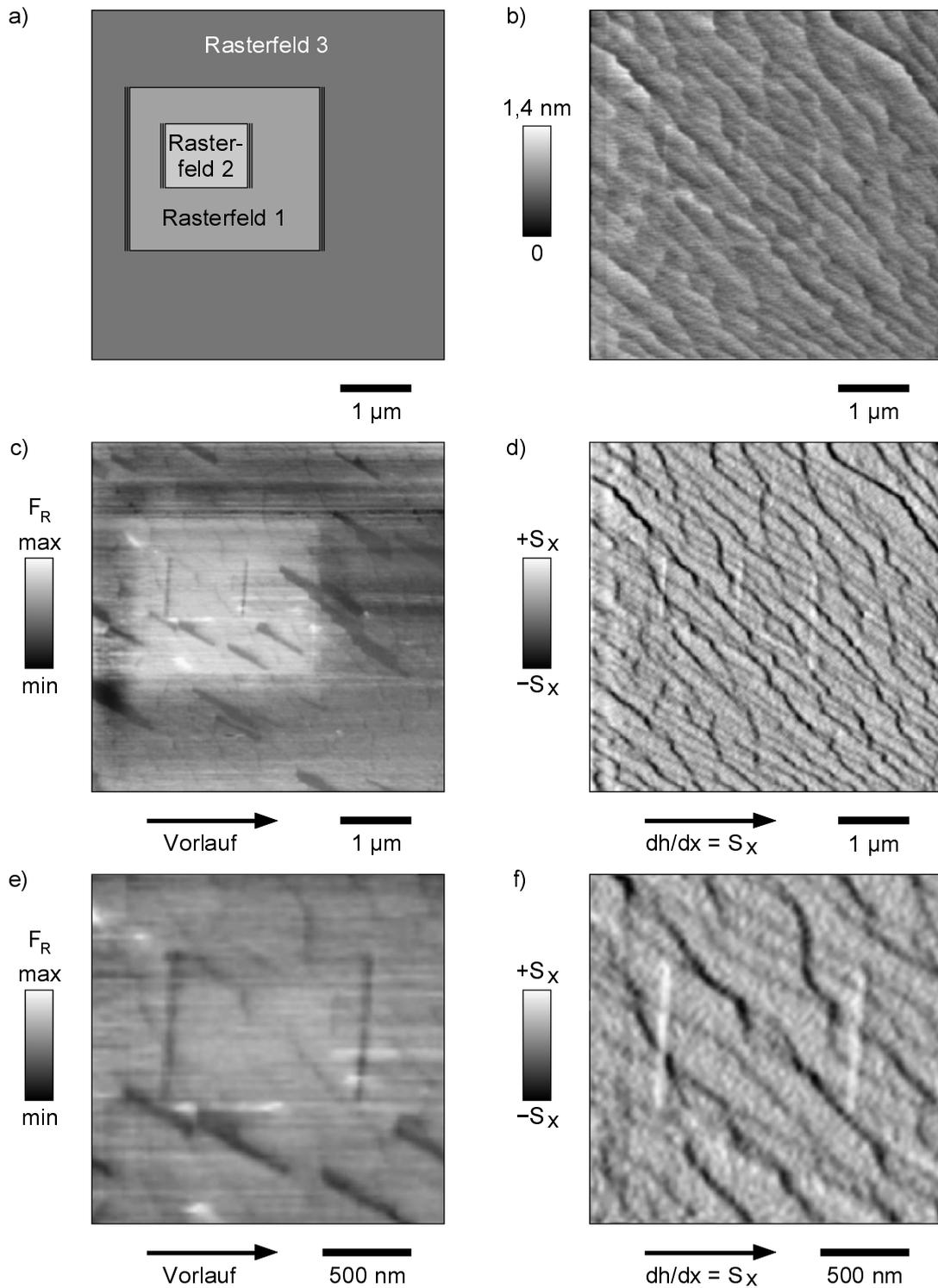
Um das beobachtete Verhalten an den Randbereichen näher zu charakterisieren erfolgten mit dem Standard-RKM hochauflösende Messungen an einer Saphir-(A-Plane)-Oberfläche. Da für diese Gerätekonfiguration keine Klimakammer zur Verfügung stand, wurden die Untersuchungen unter Laboratmosphäre bei einer relativen Luftfeuchte von ca. 40 % durchgeführt.

Das **Bild 4.46** zeigt einen Oberflächenbereich von ca.  $(5 \times 5) \mu\text{m}^2$  nach der Beanspruchung durch zwei aufeinanderfolgende kleinere Rasterungen. Die Lage der einzelnen Rasterfelder zueinander ist schematisch im Bild 4.46a dargestellt. Der mit Rasterfeld 3 bezeichnete Bereich wurde mit einer lateralen Punktauflösung von 25 nm aufgenommen. Diese relativ niedrige Auflösung wurde gewählt, um die Beanspruchung innerhalb des Rasterfeldes möglichst gering zu halten. Die Auflagekraft lag bei  $F_L \approx 100 \text{ nN}$ . Innerhalb dieses Feldes wurden zuvor die mit Rasterfeld 1 ( $(2 \times 2) \mu\text{m}^2$ , 5 nm Punktauflösung,  $F_L \approx 500 \text{ nN}$ ) und Rasterfeld 2 ( $(1 \times 1) \mu\text{m}^2$ , 2,5 nm Punktauflösung,  $F_L \approx 500 \text{ nN}$ ) bezeichneten Felder in der Reihenfolge ihrer Numerierung abgerastert. Die Rasterung erfolgte jeweils im Normalmode.

In der im Bild 4.46b dargestellten Topographie des Rasterfeldes 3 sind die linke und rechte Begrenzung des Rasterfeldes 2 und die rechte Begrenzung des Rasterfeldes 1 als Topographieerhöhung sichtbar, deren Höhe ca. 0,05 bis 0,15 nm über dem Niveau der Umgebung lag. Eine statistische Auswertung der Topographiehöhen lieferte für die mittlere Höhendifferenz zwischen unbeanspruchten und beanspruchten Bereichen einen Wert von ca. 0,05 nm. Die maximale Höhendifferenz innerhalb des gesamten Bildbereiches lag bei 1,4 nm. Um die geringen Unterschiede in der Topographie deutlicher hervorzuheben zu können, wurden im Bild 4.46d und Bild 4.46f durch Anwendung eines Gradientenfilters die Steigungen  $s_x = dh/dx$  der Topographie aus Bild 4.46b hervorgehoben (Gradientendarstellung). Das höher liegende Topographieniveau der Rasterfeldbegrenzungen wird hierbei durch die hellen Bereiche markiert, während die Topographiestufen an der Oberfläche der Saphirprobe dunkel erscheinen.

Offensichtlich wurde bei der Rasterung durch die Spitze Material aus dem Rasterbereich herausgeschoben, das dann in den Randbereichen, in denen jeweils die Richtungsumkehr der Rasterbewegung stattfand, angesammelt wurde.

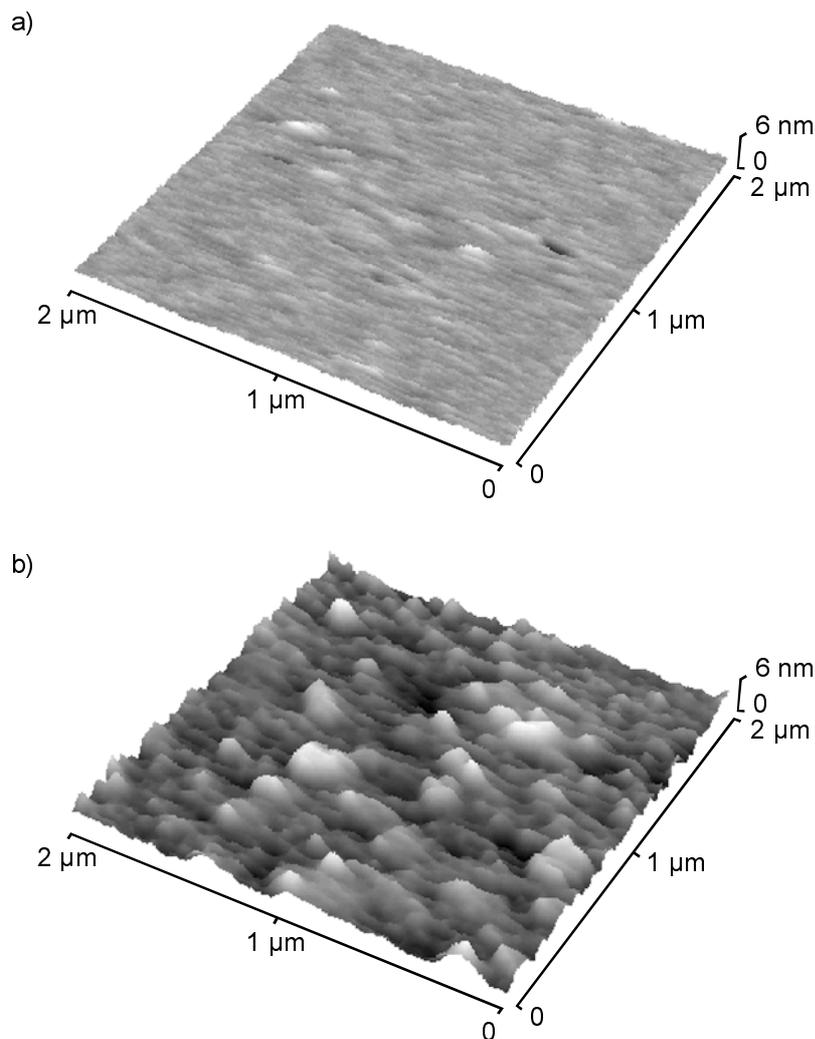
Zur Darstellung des im Bild 4.46c gezeigten Reibungskontrastes wurde der Bildkontrast für das Rasterfeld 1 selektiv verstärkt. Die Lage der Rasterfelder 1 und 2 hebt sich deutlich als hellerer Bereich von der Umgebung ab. Die Reibungskraft war in den beanspruchten Bereichen um ca. 5-15 % höher als in der unbeanspruchten Umgebung. Die Reibungskraft auf den seitlichen Rasterfeldbegrenzungen war im Vergleich zu den beanspruchten Bereichen um ca. 5-10 % niedriger. Besonders deutlich war dies an den Rändern des Rasterfeldes 2 erkennbar, wie aus der im Bild 4.46e dargestellten Detailvergrößerung ersichtlich wird.



**Bild 4.46:** Oberflächenveränderung durch Reibungskontakt an einer A-Plane-Oberfläche:  
 a) Schematische Lage der Rasterfelder 1 und 2 innerhalb des Rasterfeldes 3,  
 b) Topographie, c) Reibungscontrast und d) Gradientendarstellung der Topographie des Rasterfeldes 3, e) und f) Detaildarstellungen aus c) bzw. d).

### 4.2.6 Oberflächenveränderungen unter Einwirkung von Wasser

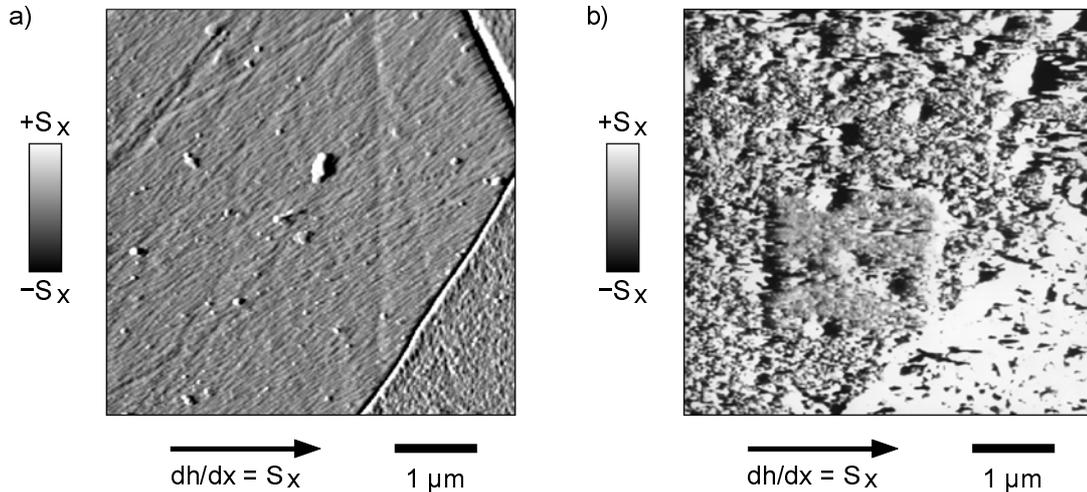
Zur Charakterisierung der Saphiroberflächen unter Einwirkung von Wasser wurden Topographie- und Kraft-Weg-Messungen durchgeführt. Die im **Bild 4.47** gezeigten Topographien wurden in der Flüssigzelle des Standard-RKM an einer ungetemperten Saphir-(A-Plane)-Probe im Anlieferungszustand aufgenommen. Die Untersuchungen fanden zuerst unter Laborbedingungen (Bild 4.47a) und anschließend unter deionisiertem Wasser (Bild 4.47b) als Umgebungsmedium statt.



**Bild 4.47:** Oberflächentopographien einer Saphir-(A-Plane)-Oberfläche:  
a) an Luft ( $\varphi \approx 40\%$ ) und b) unter deionisiertem Wasser.

Im Ergebnis der Messungen zeigte sich, daß die anfangs feste Saphiroberfläche mit der Zeit einen gelartigen Zustand annahm, was auf die Bildung einer Oberflächenreaktionsschicht schließen ließ. Die Erweichung der Oberflächen durch das Wasser war bereits nach weniger als einer Minute Einwirkzeit anhand der Abnahme der topographischen Abbildungsqualität nachweisbar.

Ein solches Verhalten wurde auch an getemperten polykristallinen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Oberflächen festgestellt, die zu Vergleichszwecken untersucht worden sind. Das **Bild 4.48** zeigt hierzu in einer Gradientendarstellung die Oberflächentopographie einer solchen polykristallinen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Probe an Laborluft (Bild 4.48a) sowie unter deionisiertem Wasser nach einer Einwirkzeit von ca. 3 Stunden (Bild 4.48b).



**Bild 4.48:** Gradientendarstellung der Topographie einer getemperten polykristallinen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Oberfläche: a) an Luft und b) unter deionisiertem Wasser als Umgebungsmedium nach einer Einwirkzeit von ca. 3 Stunden.

Im zeitlichen Verlauf der Messungen setzte sich der Lösungsprozeß an der Oberfläche weiter fort und im trockenen Zustand vorhandene Oberflächenstrukturen konnten nicht mehr abgebildet werden. Dies war auch nach Entfernung des Wassers aus der Flüssigzelle und Trocknung der Proben an Luft festzustellen, was darauf schließen ließ, daß die Reaktionsschicht durch den Trocknungsprozeß nicht vollständig zurückgebildet wurde.

Weiterhin ist festgestellt worden, daß durch die Rasterung bei der Topographiemessung Oberflächenmaterial abgetragen bzw. zu den Rändern des Rasterfeldes hin verschoben und dort abgelagert wurde. Das in der Mitte der im Bild 4.48b dargestellten Topographieabbildung sichtbare Quadrat wurde durch eine vorhergehende Rasterung von  $(2 \times 2) \mu\text{m}^2$  hervorgerufen. Die Topographiehöhe innerhalb dieses Feldes wurde dabei im Mittel um 15-25 nm gegenüber der mittleren Topographiehöhe der Umgebung reduziert.

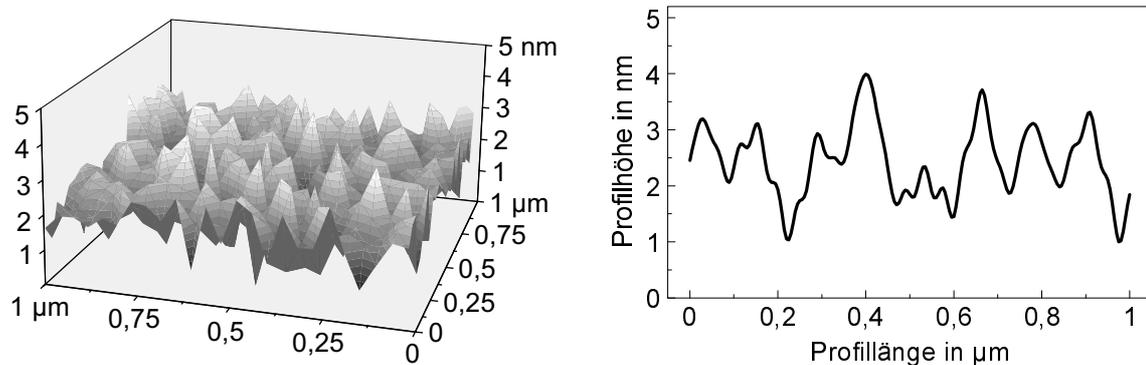


# 5. Diskussion

## 5.1 Oberflächencharakterisierung

### 5.1.1 Siliciumoberflächen

Die Oberflächen der Siliciumeinkristalle wiesen eine aus zufällig verteilten Oberflächenrauheiten homogen zusammengesetzte topographische Struktur auf. Abhängig von der Rasterfeldgröße lagen die mittleren Rauhtiefen  $R_{\max}$  zwischen 0,5 und 30 nm. Bei der Betrachtung von Oberflächenbereichen kleiner  $1 \mu\text{m}^2$  wurden für die Rauhtiefe Werte von 0,5 bis 3 nm ermittelt. Um die Beschreibung der Siliciumoberflächen zu vereinfachen, wurde auf der Grundlage der in den Topographiemessungen ermittelten Höhenverteilungen der Rauheiten und mit Hilfe einer Zufallszahlenverteilung eine charakteristische Modelltopographie erstellt. Im **Bild 5.1** ist eine  $(1 \times 1) \mu\text{m}^2$  umfassende Modelltopographie sowie ein daraus abgeleitetes Linienprofil von  $1 \mu\text{m}$  Länge abgebildet.

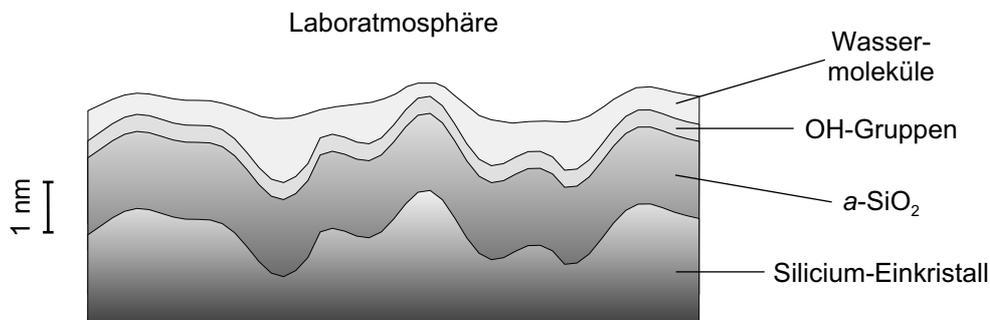


**Bild 5.1:** Modelltopographie und Linienprofil der Siliciumoberflächen.

Die Oberflächen der verwendeten Siliciumproben waren mit einer 1 bis 2 nm dicken amorphen Siliciumdioxidschicht ( $a\text{-SiO}_2$ ) bedeckt, die durch natürliche Oxidation des Silicium unter dem Partialdruck des in der Umgebungsluft vorhandenen Sauerstoffs hervorgerufen wurde (‘native oxide’). Der Oberflächenzustand einer solchen  $a\text{-SiO}_2$ -Schicht wird aufgrund der Oberflächenbelegung mit OH-Gruppen unter Laborbedingungen als hydrophil angesehen [75, 109]. Nach [79] ist das Benetzungsverhalten von Wasser auf  $a\text{-SiO}_2$  von der  $\text{SiO}_2$ -Schichtdicke abhängig. Danach beträgt der Benetzungswinkel  $\theta$  für eine 1 nm Dicke  $a\text{-SiO}_2$ -Schicht etwa  $55^\circ$  und fällt bei einer Dicke von 2 nm auf  $31^\circ$  ab. Zum Vergleich wurde an den

verwendeten Siliciumproben eine Abschätzung des Benetzungswinkels im Kontakt mit deionisiertem Wasser im Lichtmikroskop durchgeführt. Die dabei ermittelten Werte lagen bei  $\theta = 60^\circ \pm 5^\circ$  und stehen somit in guter Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus [79]. Weiterhin kann nicht ausgeschlossen werden, daß die Oberflächen durch adsorbierte Kohlenwasserstoffverbindungen aus der Umgebungsatmosphäre geringfügig kontaminiert waren. Solche Verbindungen weisen i.a. einen hydrophoben Charakter auf [109] und können eine Zunahme des Benetzungswinkels bewirken. Die Größe des Benetzungswinkels kann nach [140] auch ein Hinweis darauf sein, daß die Oberflächen nicht vollständig hydroxiliert waren. Aufgrund der durch die vorhandenen OH-Gruppen unterstützten Adsorption von Wasserdampf aus der Umgebungsatmosphäre war davon auszugehen, daß eine Wasserschicht die Oberflächen bedeckte, deren Dicke mit steigender relativer Luftfeuchte zunahm. Eine verstärkte Wasseranreicherung war infolge der Oberflächenspannung des Wassers in der Zwischenräumen der Oberflächenrauheiten zu erwarten (Kapillarbildung).

Zusammenfassend wurde der im **Bild 5.2** schematisch dargestellte, strukturelle Aufbau der Siliciumoberflächen angenommen.



**Bild 5.2:** Struktureller Aufbau der Siliciumoberflächen unter Laborbedingungen.

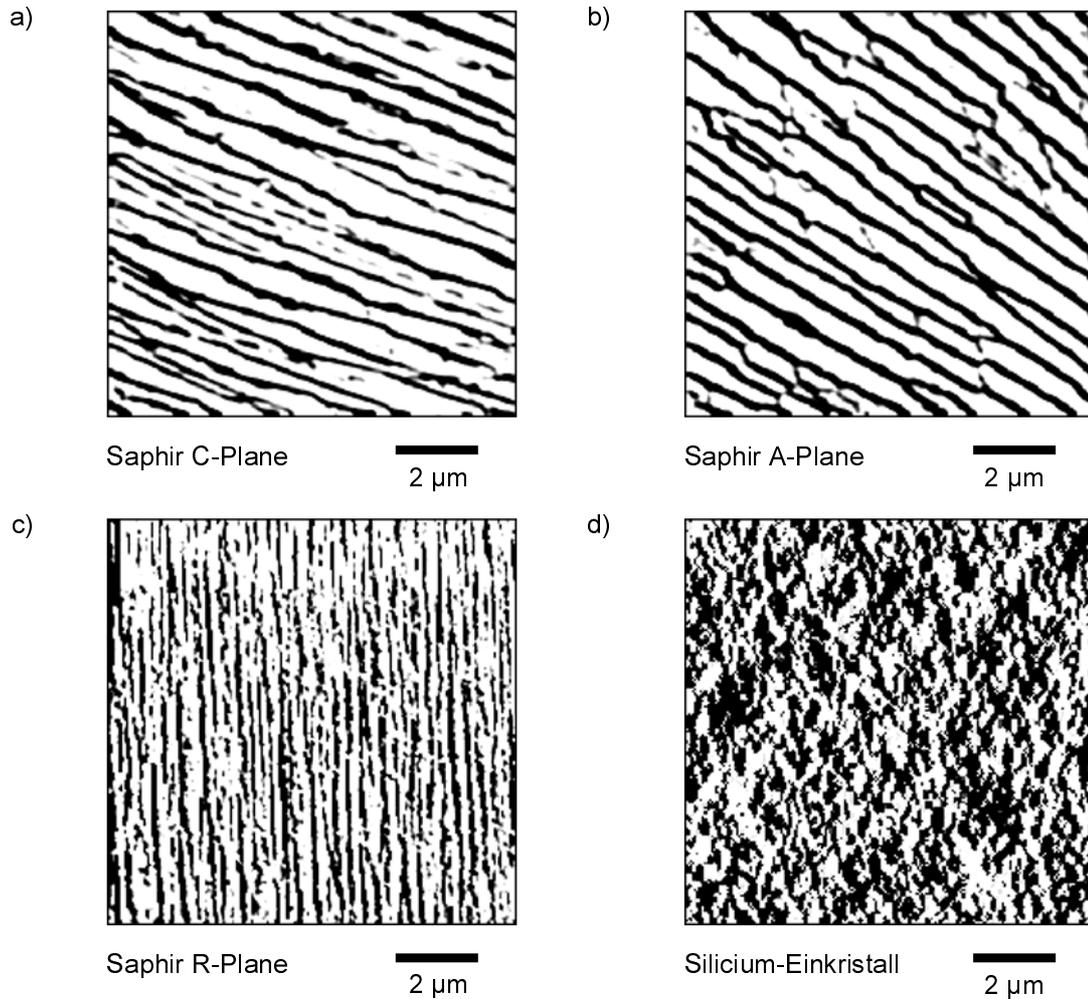
Ein Verschleiß bzw. ein Abtrag der Oxidschicht an den Probenoberflächen konnte nicht festgestellt werden. Es wurde deshalb davon ausgegangen, daß bei allen experimentellen Untersuchungen das Siliciumdioxid der Oberflächen als Grundmaterial anzusehen war.

### 5.1.2 Saphiroberflächen

Die getemperten Saphiroberflächen wiesen periodisch fortgesetzte Terrassenstrukturen mit unterschiedlicher Breite und Stufenhöhe auf. Vergleichbare Oberflächenstrukturen an getemperten  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Einkristallen wurden z.B. anhand von elektronenmikroskopischen Untersuchungen in [141-146] oder RKM-Messungen in [147, 148] beschrieben.

Für die topographische Charakterisierung der Saphiroberflächen genügt es, die Verteilung und Höhe der Stufen zu betrachten, da sie die einzigen auf den Saphirproben vorhandenen Oberflächenrauheiten darstellten. Abgesehen davon waren die Oberflächen atomar glatt. Die mittlere Stufenhöhe für die C-Plane-Oberfläche lag bei 3 nm, die der A-Plane-Oberfläche bei 0,5 nm. Die R-Plane-Oberfläche wies eine zwischen  $< 0,5$  und 1 nm variierende Stufenhöhe mit einer im Vergleich zu der C- bzw. A-Plane-Oberfläche höheren Stufendichte auf.

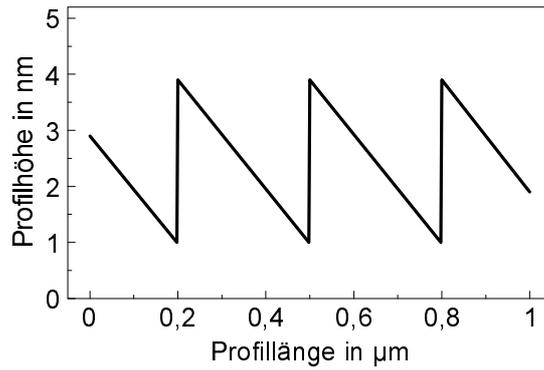
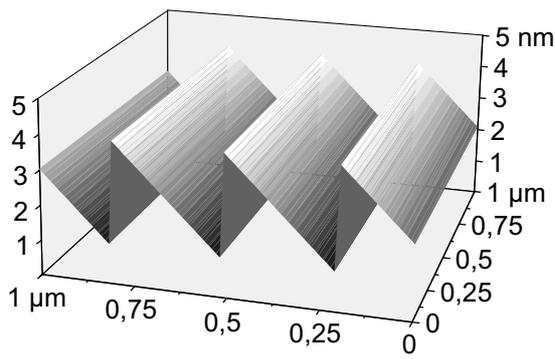
Die Verteilung und Anordnung der Topographiestufen auf den Saphiroberflächen ist aus den im **Bild 5.3a-c** dargestellten Konturabbildungen ersichtlich, die anhand gemessener Topographien erstellt wurden. Die schwarz eingefärbten Bereiche markieren dabei die Stufen, während die Ebenen weiß abgebildet werden. Deutlich sichtbar wird hierbei auch die festgestellte Vorzugsrichtung im Verlauf der Stufenstrukturen. Zum Vergleich zeigt das Bild 5.3d die Kontur einer typischen Siliciumoberfläche mit zufällig verteilten Oberflächenrauheiten.



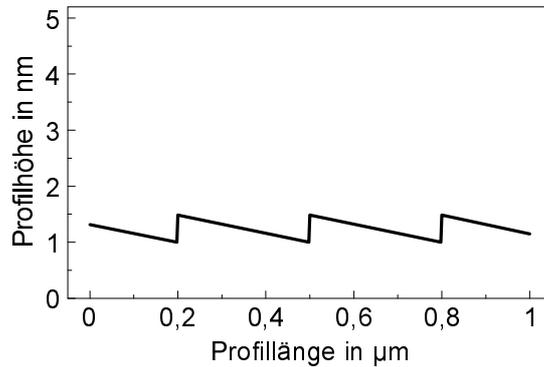
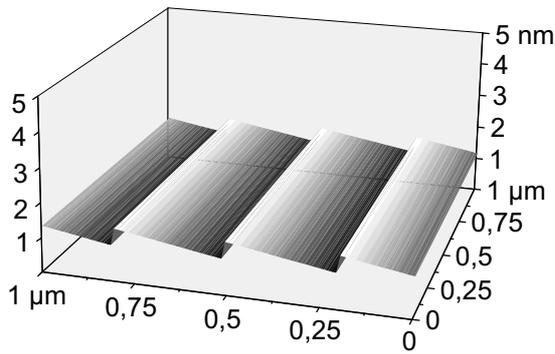
**Bild 5.3:** Charakteristische Oberflächenkonturen von Saphir- und Silicium-Oberflächen:  
a) Saphir C-Plane, b) Saphir A-Plane, c) Saphir R-Plane, d) Silicium-Einkristall.

Aus den Ergebnissen der Topographieuntersuchungen wurden die im **Bild 5.4** dargestellten Modelltopographien der unterschiedlich orientierten Saphiroberflächen abgeleitet. Die in den Abbildungen gezeigten Linienprofile wurden jeweils senkrecht zur lateralen Vorzugsrichtung der Stufenstrukturen erstellt.

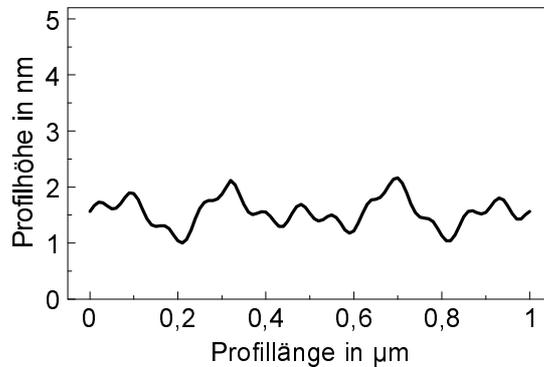
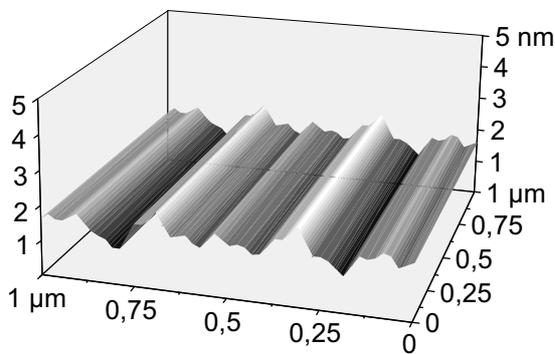
a) Saphir-(C-Plane)-Oberfläche:



b) Saphir-(A-Plane)-Oberfläche:



c) Saphir-(R-Plane)-Oberfläche:

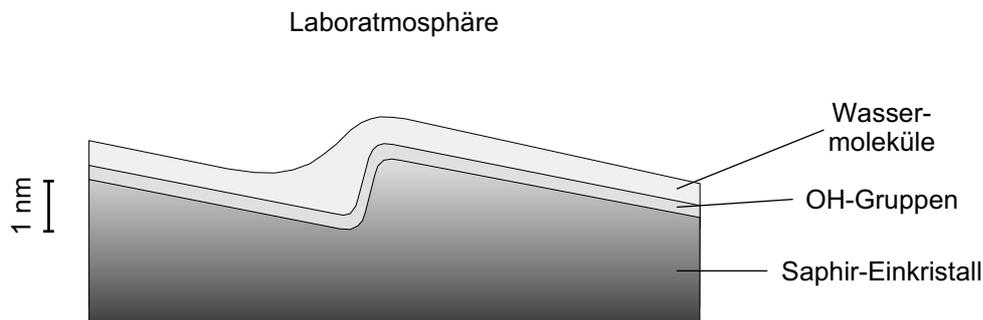


**Bild 5.4:** Modelltopographien und Linienprofile der Saphir-Oberflächen:

a) C-Plane, b) A-Plane und c) R-Plane.

Das Benetzungsverhalten der Saphiroberflächen im Kontakt mit deionisiertem Wasser wurde lichtmikroskopisch untersucht. Die Benetzungswinkel  $\theta$  lagen bei Werten von  $\theta = 45^\circ \pm 5^\circ$  und korrespondieren gut mit Literaturangaben ( $\theta = 35^\circ$  nach [94],  $\theta > 45^\circ$  nach [149]). Unterschiede im Benetzungsverhalten zwischen den verschiedenen Oberflächenorientierungen wurden nicht festgestellt. Ähnlich wie bei den Siliciumoberflächen wurde davon ausgegangen, daß die Saphiroberflächen zumindest partiell mit OH-Gruppen belegt waren, die zum hydrophilen Charakter der Oberflächen beitragen. Aufgrund der Adsorption von Wasser aus der Umgebungsatmosphäre wurde ein mit steigender relativer Luftfeuchte anwachsender Wasserfilm angenommen. Eine erhöhte Konzentration von adsorbiertem Wasser war an den Topographiestufen zu erwarten.

Zur Beschreibung der Saphiroberflächen wurde der im **Bild 5.5** schematisch dargestellte, strukturelle Oberflächenaufbau angenommen.



**Bild 5.5:** Struktureller Aufbau der Saphiroberflächen unter Laborbedingungen.

## 5.2 Charakterisierung der Siliciumspitzen

Zur geometrischen Charakterisierung der Siliciumspitzen wurden drei Untersuchungsmethoden angewandt, die im Folgenden diskutiert werden:

1. Abbildung der Spitzen im Rasterelektronenmikroskop (REM) vor und nach dem Einsatz im Rasterkraftmikroskop (RKM),
2. in-situ-Bestimmung der Spitzengeometrie aus RKM-Topographien und
3. hochauflösende Abbildung von Spitzen im Transmissionselektronenmikroskop (TEM).

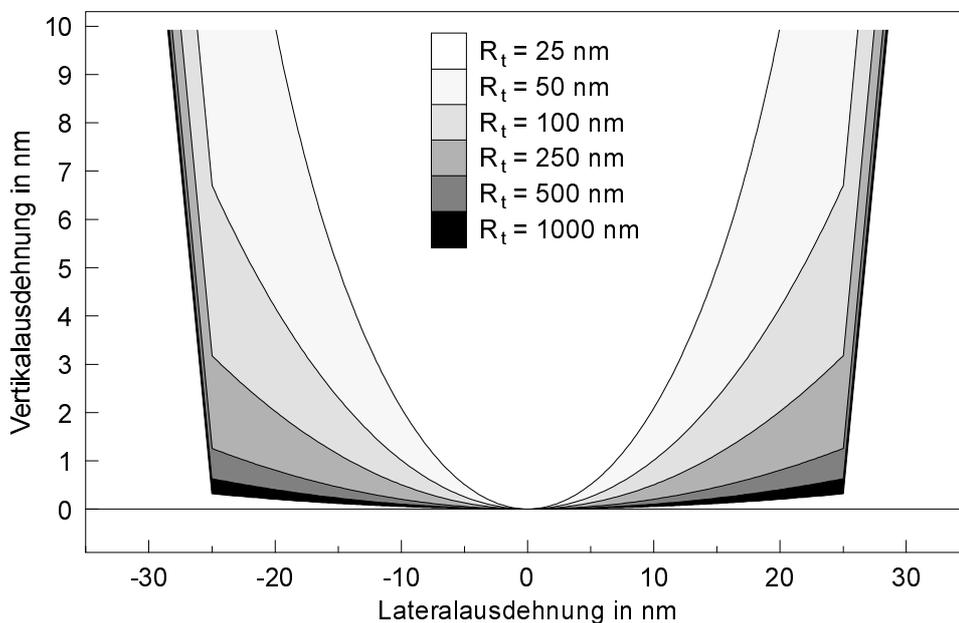
Anhand der durchgeführten REM-Untersuchungen konnten Veränderungen an den Spitzen hinsichtlich grober Verunreinigungen, auftretendem Verschleiß oder Versagen der Spitzen nachgewiesen werden. Bei den zur Abbildung des Spitzenendbereiches notwendigen hohen Vergrößerungen war die Abbildungsqualität der REM-Aufnahmen jedoch oft nicht mehr ausreichend. Die maximal erreichte Auflösung lag bei Werten von  $\pm 10$  nm. In den meisten Fällen zeigten die REM-Aufnahmen von beanspruchten Si-Spitzen eine Krümmung am Spitzenende, woraus in erster Anschauung gefolgert werden könnte, daß die Spitzenendgeometrie die Form einer Kugelkappe mit einem definiertem Spitzenendradius  $R_t$  aufwies. Im Widerspruch dazu stehen die Ergebnisse der TEM-Untersuchungen. Diese zeigten, daß die Si-Spitzen durch die Beanspruchung im Gleitkontakt flächenhaft abgeplattet wurden<sup>†</sup>.

Als Ursache für die offensichtlich verfälschte REM-Abbildung der Spitzenendgeometrie ist der im Vergleich zu den Abmessungen der Spitzen große Wechselwirkungsbereich des abbildenden Elektronenstrahls mit dem Siliciummaterial anzusehen [138, 139]. Bedingt durch die Geometrie der Spitzen, liegt praktisch immer ein streifender Einfall des Elektronenstrahls vor und es kann zu einer Objektdurchstrahlung kommen. Die Folgen sind eine erhöhte Rückstreuung der Elektronen sowie eine verstärkte Sekundärelektronenausbeute in den Randbereichen von Objektstrukturen. Dieser sog. Kanteneffekt führt zu Überstrahlungen bzw. zur Herabsetzung der Ortsauflösung, so daß die Abbildung der Form von Kanten und geneigten Flächen verschlechtert wird und Krümmungsradien oft nicht zu bestimmen sind [138]. Für die

<sup>†</sup> vgl. Kapitel 4.1.2: 'Siliciumspitzen im Reibungskontakt mit Silicium'

Ermittlung der Spitzengeometrie mit dem REM bedeutet dies, daß in den REM-Aufnahmen des Endbereiches einer Spitze auch dann ein Krümmungsradius abgebildet werden kann, wenn die wirkliche geometrische Form des Endbereiches flächenhaft ist.

Zur Veranschaulichung der Problematik zeigt das **Bild 5.6** den Querschnitt durch eine Reihe von rotationssymmetrischen Modellspitzen, bei denen jeweils von einer Spitzenendbreite  $B_t = 50$  nm ausgegangen wurde. Als Geometrie für den Endbereich der Spitzen wurden eine Halbkugel ( $R_t = 25$  nm) bzw. Kugelkappen angenommen. Die Variation des Spitzenradius  $R_t$  erfolgte zwischen 25 und 1000 nm. Anhand der Abbildung wird deutlich, daß die Variation des Spitzenradius zwischen 100 nm und 1000 nm im Randbereich der Spitzen lediglich zu einer vertikalen Abweichung von maximal 3 nm führt. Dieser Wert liegt jedoch unterhalb des Auflösungsvermögens des REM, so daß eine Differenzierung unterschiedlicher Radien auch unter Vernachlässigung des o.g. Kanteneffekts bei der REM-Abbildung nicht gegeben war.

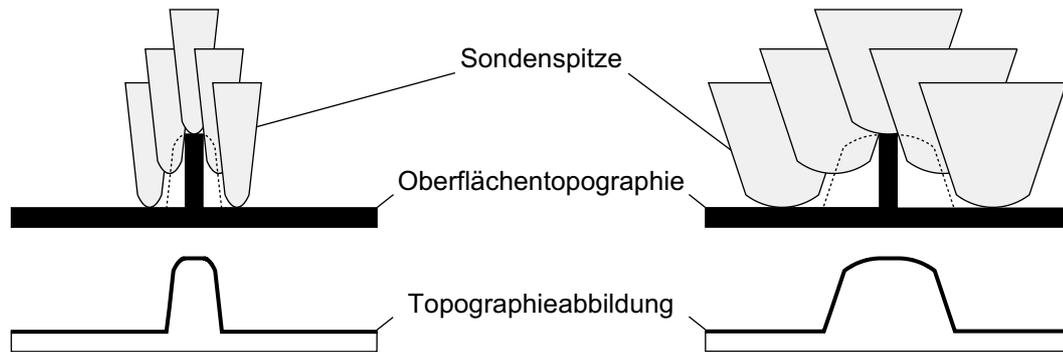


**Bild 5.6:** Variation des Spitzenradius  $R_t$  an einer Modellspitze mit einer angenommenen Spitzenendbreite  $B_t = 50$  nm.

Die aus der Kontur der Spitzenabbildung abgeleitete Spitzenendbreite  $B_t$  war dagegen im Rahmen des Auflösungsvermögens des REM sicher zu bestimmen.

Ein weiteres Verfahren zur geometrischen Charakterisierung der Spitzen ist die Ableitung der Spitzenendgeometrie aus den topographischen Abbildungsbedingungen im RKM. Dabei kann unter bestimmten Voraussetzungen die Form der Spitzen in-situ aus gemessenen RKM-Topographien abgeschätzt werden. Das Vorgehen wird im Folgenden an zwei Beispielen erläutert.

Im **Bild 5.7** ist die Topographieabbildung einer erhabenen Oberflächenstruktur mit dem RKM in Abhängigkeit von der Geometrie der Sondenspitze schematisch dargestellt.

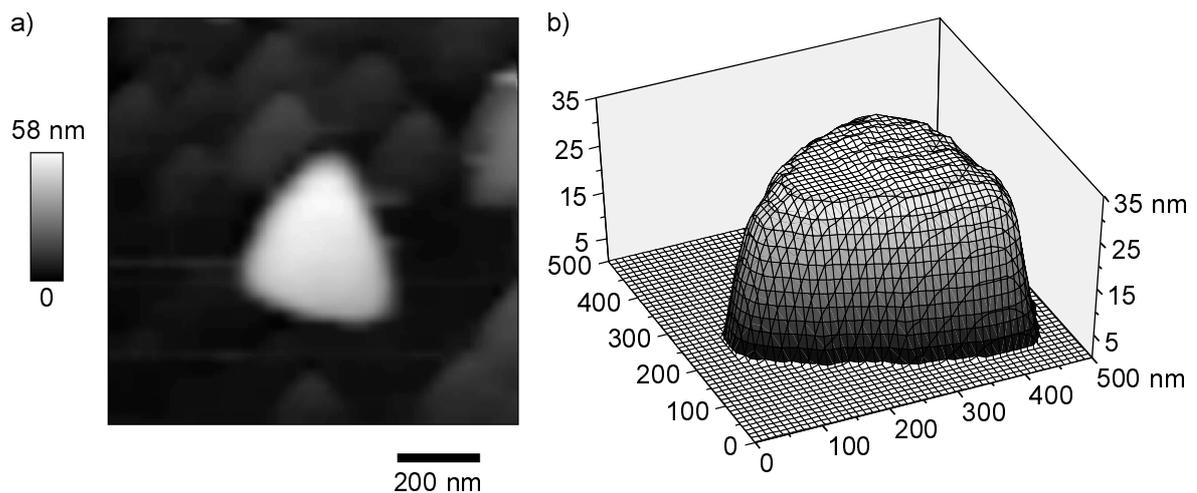


**Bild 5.7:** Schematische Darstellung der Abbildung erhabener Oberflächenstrukturen mit dem RKM in Abhängigkeit von der Geometrie der Sondenspitze.

Demnach sind in der Topographieabbildung sowohl geometrische Informationen zur Probe als auch zur Spitze enthalten. Die korrekte Interpretation von Topographiemessungen ist deshalb auch nur unter genauer Kenntnis der Form der Spitze möglich. Umgekehrt bieten diese Abbildungsbedingungen im RKM die Möglichkeit, bei bekannter Oberflächentopographie die Geometrie der Spitze aus einer Topographiemessung heraus zu rekonstruieren [150-154].

Weist die Oberflächenstruktur im Vergleich zur Spitzengeometrie kleinere Abmessungen auf, so wird näherungsweise die Oberflächenkontur der Sondenspitze in der Messung abgebildet, wie anhand der im **Bild 5.8** dargestellten Abbildungen exemplarisch gezeigt wird.

Die Messung der RKM-Topographie (Bild 5.8a) erfolgte mit einer durch Reibungskraftmessungen auf  $\text{Al}_2\text{O}_3$  beanspruchten Siliciumspitze. Die Höhe der abbildenden Oberflächenstruktur, die in der Messung korrekt wiedergegeben wurde, lag bei ca. 50 nm. Aus den Topographiemessdaten wurde der für die Abbildung der Spitzenendgeometrie erforderliche Wertebereich herausgelöst und in Form der im Bild 5.8b gezeigten 3-D-Darstellung wiedergegeben.

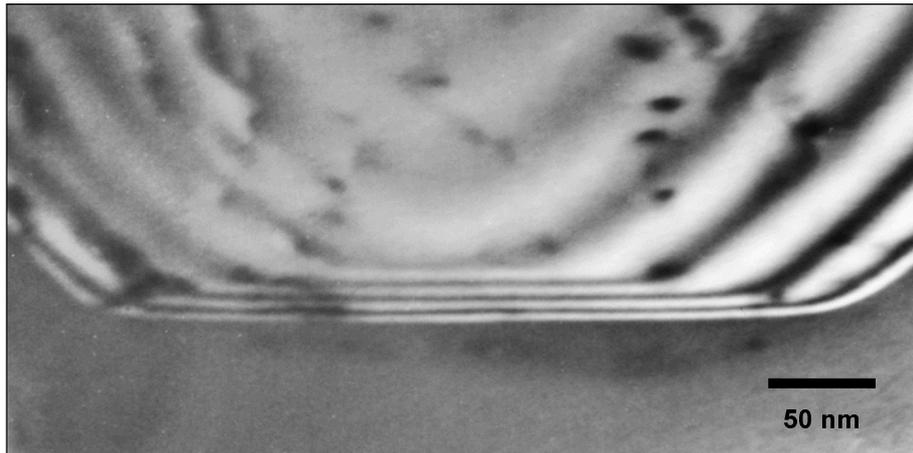


**Bild 5.8:** In-situ Abbildung der Spitzenendgeometrie einer Si-Spitze mit dem RKM:

- a) RKM-Topographie,
- b) 3-D-Darstellung der Abbildung der Spitzenendgeometrie aus a).

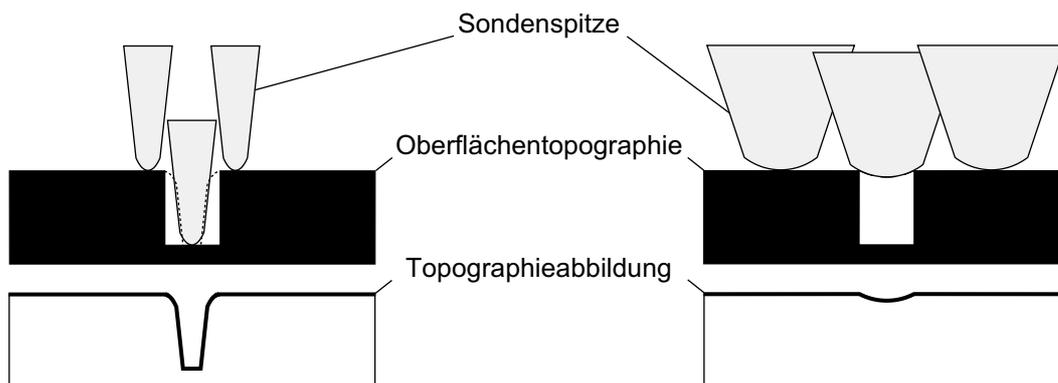
Aus beiden Abbildungen kann gefolgert werden, daß die Spitzenendgeometrie die Form eines dreiseitigen Pyramidenstumpfes mit abgerundeten Kanten und ebener Deckfläche aufwies. Für die maximale Spitzenendbreite wurde ein Wert von  $B_t \approx 380 \text{ nm}$  ermittelt. Die Höhendifferenzen der im Bild 5.8b auf der Endfläche der Spitze sichtbaren Feinstrukturen lagen bezüglich der Deckfläche unter einem Nanometer.

Zum Vergleich zeigt das **Bild 5.9** eine TEM-Aufnahme des Spitzenendbereichs der Si-Spitze aus Bild 5.8. Die Spitzenendbreite wurde aus der Abbildung zu  $B_t = 340 \text{ nm}$  ermittelt. Die im Randbereich sichtbare Wölbung der Endfläche wies einen Radius von etwa  $2,5 \mu\text{m}$  auf.



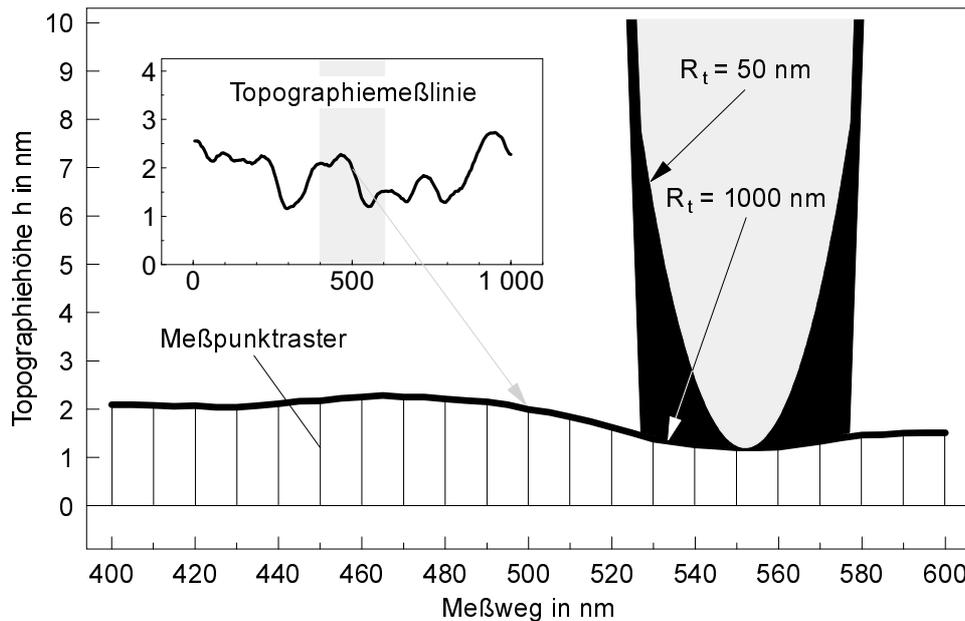
**Bild 5.9:** TEM-Dunkelfeld-Aufnahme der Endgeometrie der Si-Spitze aus Bild 5.8.

In Analogie zur Abbildung erhabener Oberflächenstrukturen ergeben sich aus der gemessenen Topographie von Vertiefungen bekannter Größe ebenfalls Informationen zur Spitzenendgeometrie. Die Abbildungsbedingungen hierfür sind im **Bild 5.10** schematisch dargestellt.



**Bild 5.10:** Schematische Darstellung der Abbildung vertiefter Oberflächenstrukturen mit dem RKM in Abhängigkeit von der Geometrie der Sondenspitze.

Eine Abschätzung der Spitzengeometrie anhand einer Topographiemessung ist näherungsweise dann möglich, wenn abgesichert werden kann, daß das tatsächliche Oberflächenprofil feiner strukturiert ist, als die mit der zu charakterisierenden Spitze ermittelte Topographie. Dies wird anhand des im **Bild 5.11** dargestellten Oberflächenprofils einer Siliciumprobe demonstriert.



**Bild 5.11:** Anpassung des Spitzenradius  $R_t$  an eine gemessene RKM-Topographie.

Im Gegensatz zu Oberflächentopographien, die mit feinen Sondenspitzen aufgenommen wurden, wies die im Bild 5.11 gezeigte Topographiemesslinie einen relativ flachen Verlauf auf. Es konnte somit davon ausgegangen werden, daß die hier verwendete Spitze eine vergleichsweise breite Spitzenendgeometrie besaß. Eine Abschätzung der Endgeometrie erfolgte anhand der vergrößerten Darstellung der Topographiemesslinie. Die Rasterweite des im Bild eingezeichneten Meßpunktrasters lag bei 10 nm. Zur Modellierung der Spitze wurde von einer im REM ermittelten Spitzenendbreite  $B_t = 50$  nm ausgegangen. Die beste Anpassung der Spitzegeometrie an die Topographiemesslinie konnte mit Spitzenradien um  $R_t = 1000$  nm erreicht werden. Im Vergleich zur Spitzenendbreite läßt dies näherungsweise wieder auf eine flächenhafte Spitzenendgeometrie schließen, da kleinere Radien zu einer differenzierteren Topographieabbildung hätten führen müssen (vgl. Bild 5.10).

Aus den in der Ergebnisdarstellung (Bild 4.7, Kap. 4.1.2) und in diesem Kapitel bereits gezeigten TEM-Abbildungen beanspruchter Siliciumspitzen geht hervor, daß die Spitzenendgeometrie bei auftretendem Verschleiß an den Spitzen als Fläche zu charakterisieren war. Eventuell vorhandene Oberflächenrauheiten lagen dabei unter einem Nanometer. In diesem Zusammenhang muß berücksichtigt werden, daß durch den streifenden Einfall des Elektronenstrahls parallel zur Spitzenendfläche und die Durchstrahlung der Probe alle eventuell vorhandenen Rauheiten an der Spitzenendfläche in die Abbildung mit einfließen und somit im einzelnen nicht identifiziert werden können. Die Feinstruktur der Spitzenendfläche im Nano- bzw. Subnanometerbereich sowie die räumliche Verteilung von entsprechenden Rauheiten war deshalb auch anhand der TEM-Aufnahmen nicht genau zu bestimmen.

Zusätzlich zu den geometrischen Informationen über die Spitze wurde anhand der hochauflösenden TEM-Aufnahmen festgestellt, daß das einkristalline Siliciummaterial von einer amorphen Schicht bedeckt war. Es ist anzunehmen, daß es sich dabei um Siliciumdioxid handelte, das als 'native oxide' durch die Exposition des Siliciums mit dem Luftsauerstoff gebildet wurde. Die Schichtdicke lag meist zwischen 1 und 2 nm und korrespondierte mit den

HRAES-Tiefenprofilmessungen an den Siliciumproben<sup>†</sup>. Zum Teil wurden auch dickere Schichten beobachtet, die jedoch vermutlich einer nachträglich im TEM aufgewachsenen ebenfalls amorphen Kontaminationsschicht zuzuschreiben waren. Außerdem konnte nicht ausgeschlossen werden, daß es aufgrund der spezifischen Abbildungsmechanismen bei der TEM-Messung zu Pseudoabbildungen an den Randbereichen kam, die eine breitere Schichtdicke als tatsächlich vorhanden vortäuschen können.

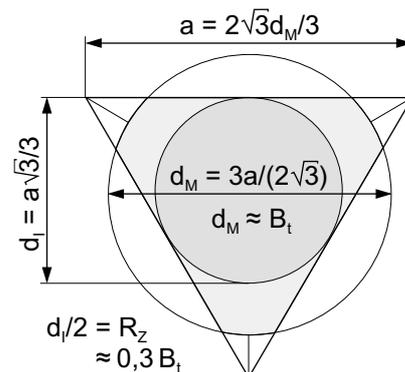
Bei keiner der untersuchten beanspruchten Siliciumspitzen wurde eine Spitzenendgeometrie im Sinne einer Spitzenverrundung in der Größenordnung der Spitzenendbreite festgestellt. Zusammenfassend werden deshalb für die Beschreibung der Spitzen im Gleitkontakt mit den Probenoberflächen folgende verallgemeinernde Aussagen getroffen:

- Die Siliciumspitzen unterlagen im Kontaktbereich einem Verschleiß, der sich in einer Verkürzung der Spitzenlänge und einer Verbreiterung der Spitzenendbreite äußerte.
- Das Einsetzen und die Größe des Verschleißes waren anhand der Versuchsbedingungen (z.B. Auflagekraft oder Grundkörpermaterial) nicht kalkulierbar.
- Trat ein Verschleiß an den Si-Spitzen auf, so nahm die Spitzenendgeometrie die Form einer Fläche an bzw. wies einen im Vergleich zur Spitzenendbreite sehr großen Spitzenradius auf ( $R_t \gg B_t$ ).
- Die Oberflächenrauheiten auf der Spitzenendfläche lagen unterhalb von 1 nm.

Die Spitzenendgeometrie wies die Form eines dreiseitigen Pyramidenstumpfes mit abgerundeten Kanten und ebener Spitzenendfläche auf (vgl. Bild 5.8). Unter Berücksichtigung der Kantenverrundung kann aus der Spitzenendbreite  $B_t$  zur vereinfachten Beschreibung der Spitzen das Modell einer Zylindergeometrie abgeleitet werden. Der Zylinderradius  $R_Z$  (Äquivalenzradius) ergibt sich mit den im **Bild 5.12** dargestellten Vereinfachungen zu:

$$R_Z \approx 0,3 \cdot B_t \quad (5.1)$$

Die Geometrie einer beanspruchten Siliciumspitze wird damit weitgehend durch deren Spitzenendbreite  $B_t$  charakterisiert.



**Bild 5.12:** Ableitung des Zylinderradius  $R_Z$ .

Für den strukturellen Aufbau der Oberflächen der Siliciumspitzen im Ausgangszustand wurde vom Aufbau der Siliciumprobenoberflächen (vgl. Bild 5.2) ausgegangen. Durch den verschleißbedingten Materialabtrag war jedoch mit einer Modifizierung in der chemischen Oberflächenstruktur und den Oberflächeneigenschaften zu rechnen. Über die dabei vorliegenden stöchiometrischen Verhältnisse in der  $\text{SiO}_2$ -Oberfläche und daraus abzuleitende Änderungen der Oberflächenenergie und des Benetzungsverhaltens<sup>‡</sup> konnten keine Aussagen getroffen werden.

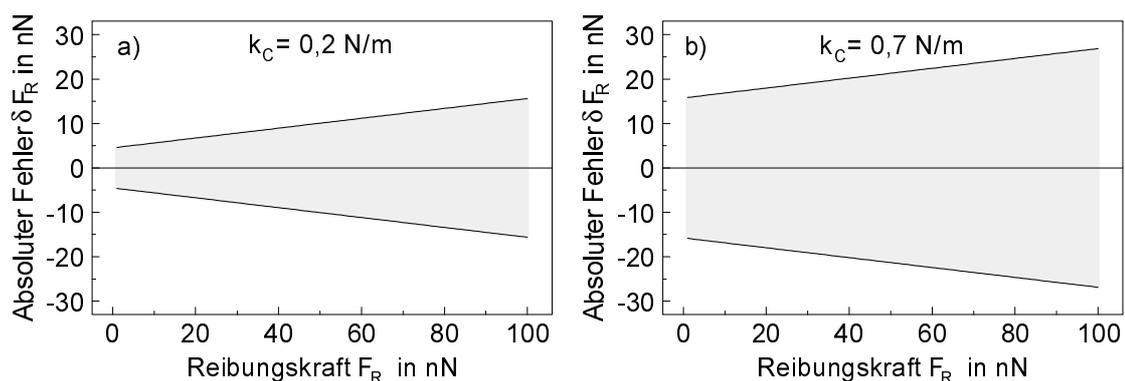
<sup>†</sup> vgl. Kapitel 4.1.1: 'Oberflächencharakterisierung'

<sup>‡</sup> vgl. Kapitel 1.3.1: 'Silicium und Siliciumoberflächen'

## 5.3 Reibungskraft- und Kraft-Weg-Messung

### 5.3.1 Fehlergrößen bei der Reibungskraft- und Kraft- Weg-Messung

Die quantitative Bestimmung der **Reibungskraft** im Parallelmode wurde auf die scheinbare Höhendifferenz zwischen der Topographiemessung im Vor- und Rücklauf zurückgeführt<sup>†</sup>. Die zur Berechnung der Reibungskraft nach Gl. 3.5 notwendigen Parameter tragen dabei mit unterschiedlichen Beträgen zum Absolutfehler der Reibungskraft bei. Die lichtmikroskopisch bestimmte Cantileverlänge  $L_C$  konnte mit einer Genauigkeit von  $\delta L_C = \pm 1 \mu\text{m}$  angegeben werden. Die im REM ermittelte Spitzenlänge war mit  $\delta L_t = \pm 100 \text{ nm}$  zu bestimmen. Ausgehend von einer typischen Cantilevergeometrie mit  $L_C = 225 \mu\text{m}$  und  $L_t = 15 \mu\text{m}$  ergibt sich aus beiden Größen ein relativer Fehler von etwa  $\pm 1 \%$  bei der Angabe einer Reibungskraft. Einen größeren Unsicherheitsfaktor stellt der Fehler bei der Angabe der Federkonstanten  $k_C$  dar, der lt. Hersteller mit  $\pm 10 \%$  angegeben wurde<sup>\*</sup>. Als weitere Fehlergröße ist die maximale Wegauflösung des zur Reibungskraftmessung eingesetzten z-Piezoscanners anzusehen, die mit  $0,6 \text{ nm}$  angegeben wurde (vgl. Tab. 3.7, Kap. 3.2.1) und die sich auf die Bestimmung der Auslenkungsdifferenz  $\Delta z_P$  zwischen Vor- und Rücklaufbewegung auswirkt. Da auch die Vor- und Rücklaftopographie nicht exakt deckungsgleich war, ist außerdem ein Beitrag aus der Hysterese der x-y-Piezoscanner zu berücksichtigen. Der Absolutfehler für die Auslenkungsdifferenz  $\Delta z_P$  wurde einschließlich der Wegauflösung des z-Piezoscanners zu  $\delta(\Delta z_P) = \pm 1,5 \text{ nm}$  bestimmt. Den Regeln der Fehlerrechnung [155] folgend ergab sich aus den genannten Fehlergrößen und nach Gl. 3.5 daraus der absolute Fehler  $\delta F_R$  bei der Angabe einer Reibungskraft  $F_R$ . Das **Bild 5.13** zeigt den zu erwartenden absoluten Fehler  $\delta F_R$  für eine Reibungskraft von  $F_R = 1$  bis  $100 \text{ nN}$  am Beispiel eines Cantilevers mit  $k_C = 0,2 \text{ N/m}$  (Teilbild a) bzw. mit  $k_C = 0,7 \text{ N/m}$  (Teilbild b). Somit war z.B. für eine ermittelte Reibungskraft von  $F_R = 50 \text{ nN}$  bei  $k_C = 0,2 \text{ N/m}$  von einem Fehler von  $\pm 10 \text{ nN}$  bzw.  $\pm 20 \%$  oder von  $\pm 21 \text{ nN}$  bzw.  $\pm 42 \%$  bei  $k_C = 0,7 \text{ N/m}$  auszugehen.



**Bild 5.13:** Absoluter Fehler  $\delta F_R$  bei der Angabe der Reibungskraft  $F_R$  für einen Cantilever mit  $L_C = 225 \mu\text{m}$  und  $L_t = 15 \mu\text{m}$  sowie a)  $k_C = 0,2 \text{ N/m}$  und b)  $k_C = 0,7 \text{ N/m}$ .

<sup>†</sup> vgl. Kapitel 2.2.1: 'Reibungskraftmikroskopie' und Kapitel 3.2.3: 'Messung der Reibungskraft'

<sup>\*</sup> Aus der Literatur sind verschiedene Verfahrensweisen zur Abschätzung der Federkonstanten bekannt [z.B. 156-160]. Aus einer in [161] gezeigten Gegenüberstellung geht hervor, daß die Meßfehler je nach Methode zwischen 10 und 40 % liegen.

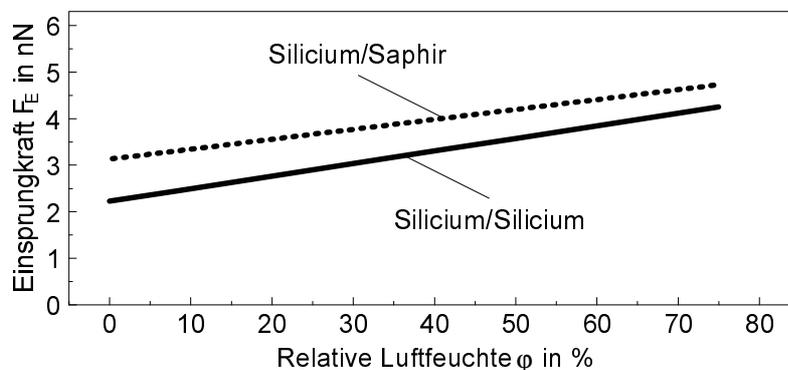
Aufgrund der hohen systematisch bedingten Fehler sollte ein direkter Vergleich quantitativer Angaben daher nur erfolgen, wenn zur Messung derselbe Cantilever verwendet wurde.

Für die aus der Messung von **Kraft-Weg-Kurven** ermittelte Einsprungs- und Abrißkraft war der Fehler bei der Angabe der Federkonstanten  $k_C$  ausschlaggebend ( $\pm 10\%$ ). Außerdem war die Wegauflösung meßtechnisch bedingt durch die Anzahl der Meßpunkte pro Gesamtverfahrweg bestimmt. Mit dem Table-Top-RKM konnte eine maximale Wegauflösung nur bis zu einem Verfahrweg von ca. 360 nm gewährleistet werden. Oberhalb dieses Wertes nahm die Wegauflösung mit zunehmendem Verfahrweg ab, so daß von einer wachsenden Unsicherheit bei der Angabe kleiner Kräfte, i.a. der Einsprungskraft  $F_E$ , proportional zum Verfahrweg auszugehen war. Eine zusätzliche Fehlergröße stellten die Schwankungen im Sensorsignal dar, die z.B. auf ein systembedingtes Signalrauschen zurückgeführt wurden. Insgesamt konnte jedoch davon ausgegangen werden, daß ein relativer Fehler von  $\pm 10\text{-}15\%$  nicht überschritten wurde. Da die Kalibrierung der **Auflagekraft** anhand der aufgenommenen Kraft-Weg-Kurven erfolgte, war hierfür ebenfalls ein relativer Fehler von  $\pm 10\text{-}15\%$  anzunehmen.

### 5.3.2 Bewertung der Einsprungs- und Abrißkraftmessung

#### Einsprungskraft $F_E$

Das **Bild 5.14** zeigt in einer vereinfachten Darstellung die aus den Kraft-Weg-Messungen ermittelte Einsprungskraft  $F_E$  zwischen Silicium und Silicium bzw. Silicium und Saphir in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ . Bei beiden Paarungen war näherungsweise eine lineare Zunahme von  $F_E$  mit steigender Feuchte festzustellen (vgl. Bild 4.9, Kap. 4.1.3 und Bild 4.32, Kap. 4.2.3).



**Bild 5.14:** Einsprungskraft  $F_E$  zwischen Silicium und Silicium sowie Silicium und Saphir in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ .

Die Einsprungskraft wird i.a. auf die van der Waals-Wechselwirkung zurückgeführt, die in Form einer abstandsabhängigen, meist attraktiven Kraft bei der Annäherung zweier Oberflächen in Erscheinung tritt [109]. Als Modell für die Verhältnisse beim RKM wird dabei oftmals von einer Kugel gegenüber einer Ebene ausgegangen, wobei die RKM-Spitze durch die Kugel mit dem Radius  $R_t$  beschrieben wird. Weitere Parameter zur Berechnung der vdW-Kraft  $F_{vdW}$  sind der Abstand  $d_{SP}$  zwischen Spitze und Probe und die von den beteiligten Materialien und dem Umgebungsmedium bestimmte HAMAKER-Konstante  $A_H$ . Eine Abhängigkeit von der Luftfeuchte wird dabei jedoch nicht erwartet [109, 125, 157, 162-164].

Um einen Vergleich der experimentell ermittelten Meßwerte mit der Theorie zu ermöglichen, wurde das Modell an die vorliegenden Verhältnisse im RKM angepaßt und der theoretische Verlauf von F-s-Vorlaufkurven simuliert. Wie im Kapitel 5.2 gezeigt, waren die eingesetzten Siliciumspitzen vorzugsweise mit einer Zylindergeometrie zu beschreiben, so daß zur Abschätzung der vdW-Kraft das Modell eines Zylinders mit dem Radius  $R_Z$  gegenüber einer Ebene vorzuziehen ist. Unter diesen Bedingungen berechnet sich nach [165, 166] die nicht-retardierende vdW-Kraft gemäß der Gleichung

$$F_{\text{vdW}}(d_{\text{SP}}) = -\frac{R_Z^2 A_H}{6d_{\text{SP}}^3} \quad (5.2)$$

Bei der Annäherung von Spitze und Probe wird die van der Waals-Kraft bei  $dF_{\text{vdW}}/d(d_{\text{SP}}) = dF/ds \geq k_C$  durch das Einsprungsverhalten<sup>†</sup> gekennzeichnet. Die dabei auf den Cantilever einwirkende Kraft  $F_E$  ergibt sich nach Gl. 5.2 aus dem zugehörigen Abstand  $d_{\text{SP}}(F_{\text{vdW}}) = d_E$  der sich unter den genannten Bedingungen zu

$$d_E = \sqrt[4]{(R_Z^2 A_H) / (2k_C)} \quad (5.3)$$

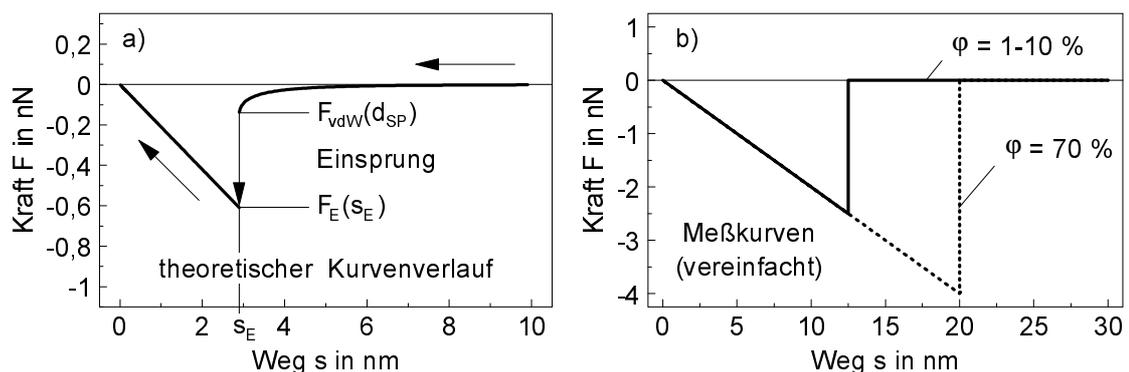
berechnet. Demgemäß gilt unter Berücksichtigung der Cantileverauslenkung bei der F-s-Messung für den entsprechenden Weg  $s_E(F_E, d_E)$ :

$$\begin{aligned} s_E(F_E) &= (F_E / k_C) + d_E \\ &= \frac{4}{3} \sqrt[4]{(R_Z^2 A_H) / (2k_C)} \end{aligned} \quad (5.4)$$

Die Einsprungkraft  $F_E(s_E)$  ergibt sich somit zu:

$$F_E(s_E) = (2A_H R_Z^2) / \left[ 3 \left( \frac{3}{4} s_E \right)^3 \right] \quad (5.5)$$

Im **Bild 5.15a** ist die theoretische Vorlaufkurve am Beispiel einer F-s-Messung zwischen einer Si-Spitze und einer Si-Probe an Luft dargestellt.



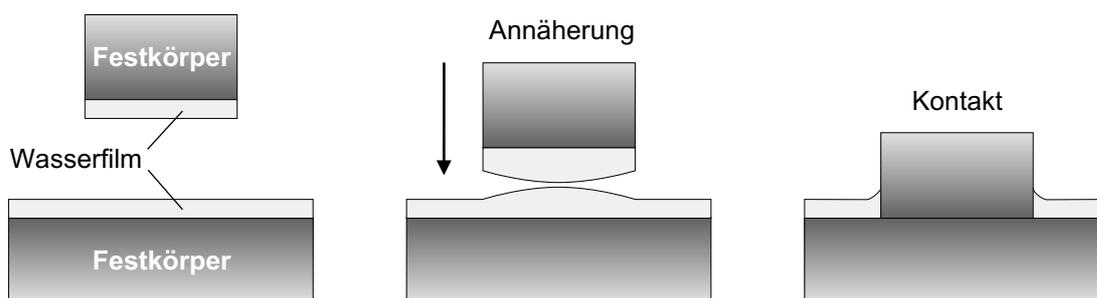
**Bild 5.15:** Vorlaufkurven bei F-s-Messungen zwischen Silicium und Silicium an Luft:  
a) theoretischer Kurvenverlauf und b) vereinfachte Meßkurven.

Der Simulationsrechnung wurde eine Cantileverfederkonstante  $k_C = 0,21$  N/m und eine Spitzenendbreite  $B_t = 40$  nm bzw. gemäß Gl. 5.1 ein Zylinderradius  $R_Z = 12$  nm zu Grunde gelegt. Die genannten Werte entsprechen hierbei den Meßparametern der im **Bild 5.15b**

<sup>†</sup> vgl. Kapitel 2.2.3: 'Kraftspektroskopie'

abgebildeten, experimentell ermittelten F-s-Vorlaufkurven. Für die HAMAKER-Konstante wurde ein Wert von  $A_H(\text{SiO}_2\text{-Luft-SiO}_2) = 6,5 \times 10^{-20} \text{ J}$  [109, 167] eingesetzt. Unter den genannten Bedingungen sollte der Einsprung bei einem Weg  $s_E = 2,90 \text{ nm}$  mit einer Kraft von  $-F(s_E) = F_E(s_E) = 0,61 \text{ nN}$  erfolgen<sup>†</sup>. Der theoretische Abstand zwischen Spitzen- und Probenoberfläche vor dem Einsprung liegt bei  $d_{SP} = 2,17 \text{ nm}$ . Die zu erwartende vdW-Kraft beträgt hier  $F_{vdW}(d_{SP}) = -0,15 \text{ nN}$ . Die im Bild 5.15b zum Vergleich gezeigten Meßkurven wiesen dagegen größere Werte für  $s_E$  und  $F_E$  auf, die für  $\varphi = 1\text{-}10\%$  bei  $s_E \approx 12 \text{ nm}$  und  $F_E \approx 2,5 \text{ nN}$  lagen und die mit zunehmender Luftfeuchte bei  $\varphi = 70\%$  auf  $s_E \approx 20 \text{ nm}$  bzw.  $F_E \approx 4 \text{ nN}$  anstiegen. Damit fand der Einsprung in einem 5-10-fach größerem Abstand statt, als theoretisch erwartet. Ein analoges Verhalten war auch zwischen Silicium und Saphir zu beobachten, wobei in entsprechenden Modellrechnungen mit adäquaten Parametern ebenfalls keine Annäherung an die experimentellen Ergebnisse erreicht werden konnte.

Eine Erklärung für das frühzeitige Einsetzen des Einsprungs kann unter der Annahme gegeben werden, daß ein Wasserfilm die Festkörperoberflächen von Spitze und Probe bedeckte. Dabei war anzunehmen, daß in jedem Fall eine zumindest partielle Bedeckung mit Wasser aufgrund von fest an den OH-Gruppen der Oberfläche gebunden Wassermolekülen vorhanden war, die auch durch den Austausch der feuchten durch die trockene Luft unbeeinflusst blieb [77, 78]. Bei der Annäherung würden dann zunächst die Oberflächen der Wasserfilme miteinander in Wechselwirkung treten, während der Abstand der Festkörperoberflächen für eine registrierbare vdW-Kraft noch zu groß ist. Dabei ist nicht auszuschließen, daß die hohe Polarisierbarkeit des Wassers eine zusätzliche attraktive Kraft hervorruft. Denkbar ist auch, daß durch die anziehenden Wechselwirkungskräfte eine Deformation der Wasser-Luft-Grenzflächen stattfindet. Eine solche Deformation würde sich nicht auf die Cantileverauslenkung auswirken und kann somit auch nicht registriert werden. Berühren sich die beiden Wasserfilmoberflächen, kommt es zur spontanen Bildung einer Kapillarbrücke. Die daraus resultierende hohe Änderung der Kraft würde zur Folge haben, daß die beteiligten Oberflächen sofort zueinander gezogen werden und ein Kontaktzustand erreicht wird (**Bild 5.16**).



**Bild 5.16:** Modellvorstellung zur Erklärung des Einsprungsverhaltens.

Das Einsprungsverhalten würde somit von der Dicke des Wasserfilms und der Kapillarwirkung dominiert werden [102, 168-170]. Dies korrespondiert auch mit den experimentellen Untersuchungen, bei denen sowohl bei der Paarung Silicium gegen Silicium als bei Silicium gegen Saphir die Einsprungskraft unabhängig von der Spitzenendbreite war.

<sup>†</sup> Für die Siliciumoberflächen kann aufgrund der vorhandenen Rauheiten auch ein Modell in der Form Zylinder gegen Kugel angewandt werden, was qualitativ noch kleinere Werten für  $s_E$  bzw.  $F_E$  zur Folge hätte.

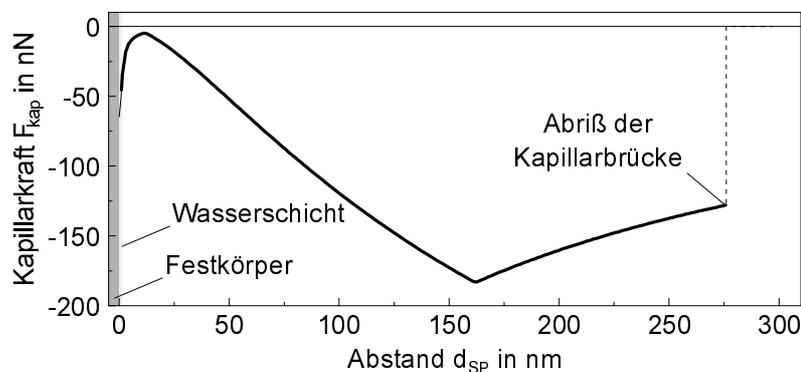
Die Gl. 5.4 und 5.5 zeigen auch, daß eine Messung der van der Waals-Wechselwirkung offensichtlich erst dann möglich ist, wenn der Betrag der zum Einsprung notwendigen Kraft in einem Abstand wirksam wird, der den Abstand für eine einsetzende Kapillarbrückenbildung sicher überschreitet. Unter der Annahme, daß dies bei einem Weg  $s_E$  von ca. 25 nm gegeben ist, wäre bei der Paarung Silicium gegen Silicium und einer Federkonstante  $k_C = 0,2 \text{ N/m}$  für eine halbkugelförmige Spitzegeometrie ein Spitzenendradius  $R_t$  von etwa  $42 \mu\text{m}$  bzw. für eine Zylindergeometrie ein Radius  $R_Z$  von  $880 \text{ nm}$  vorauszusetzen. Spitzen mit derartigen Abmessungen standen nicht zur Verfügung. Mit zunehmender Spitzenendbreite wird jedoch erwartet, daß eine bessere Annäherung an die theoretischen Modelle erfolgt und der Einfluß der Wasserbedeckung auf die Messung der vdW-Kraft zurückgeht (vgl. z.B. [109, 157, 171]).

Zusammenfassend ist festzustellen, daß unter den gegebenen Versuchsbedingungen Angaben zur van der Waals-Wechselwirkung oder daraus abzuleitende Angaben zur Spitzegeometrie bzw. deren Änderung im Verlauf der Reibungskraftmessungen sowie damit verbundene Aussagen zur tatsächlichen Kontaktfläche über die Messung der Einsprungkraft nicht zugänglich waren. Es wird vermutet, daß die Größe der Einsprungkraft auf die Kapillarwechselwirkung zurückzuführen war und somit die Annahme unterstützt wird, daß ein Wasserfilm die Oberflächen der Siliciumspitzen und Silicium- bzw. Saphirproben bedeckte.

#### Abrißkraft $F_A$

Mit der aus der Rücklaufkurve einer Kraft-Weg-Messung ermittelten statischen Abrißkraft  $F_A$  wird i.a. die Gesamtkraft gekennzeichnet, die zur vollständigen Trennung der im Kontakt befindlichen Oberflächen von Spitze und Probe notwendig ist. Anteilig kann primär zwischen den adhäsiven Kraftkomponenten der Festkörperadhäsion  $F_{adh}$  und der Kapillarkraft  $F_{kap}$  unterschieden werden. Bei der Messung an feuchter Luft wird vor allem ein Beitrag der Kapillarkraft beobachtet, der auf die Adsorption von Wasser an den Oberflächen zurückgeführt wird [101, 102, 109, 110, 172-175].

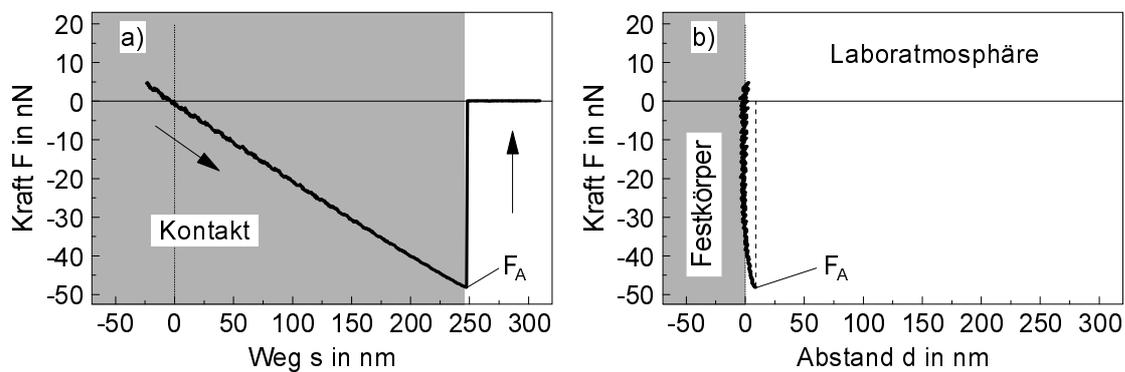
Zur Bewertung der gemessenen Kraft-Weg-Kurven hinsichtlich einer Kapillarwechselwirkung erfolgte eine qualitative Abschätzung des zu erwartenden Kräfteverlaufs vom Kontakt bis zur vollständigen Trennung der Oberflächen. Das **Bild 5.17** zeigt als Beispiel die Kapillarkraft  $F_{kap}$  bei Ausbildung einer Kapillarbrücke in Abhängigkeit vom Abstand  $d_{SP}$  zwischen Spitzen- und Probenoberfläche.



**Bild 5.17:** Modellrechnung zur Abhängigkeit der Kapillarkraft  $F_{kap}$  vom Abstand  $d_{SP}$  zwischen Spitzen- und Probenoberfläche bei Ausbildung einer Kapillarbrücke.

Als Modell wurde von einer halbkugelförmigen Spitze gegenüber einer ebenen Probe ausgegangen, die von einem Wasserfilm bedeckt wird. Zur Berechnung wurden die in [168] ausführlich dargelegten Ableitungen herangezogen. Die Simulationsparameter waren: Spitzenradius  $R_t = 50$  nm, relative Luftfeuchte  $\varphi = 35$  %, Dicke des Wasserfilms  $d^* = 1$  nm, Oberflächenspannung des Wassers  $\gamma_{L,H_2O} = 0,073$  Jm<sup>-2</sup> und Benetzungswinkel  $\theta = 0^\circ$ . Qualitativ wird ein ähnlicher Kurvenverlauf ebenso für einen Zylinder gegenüber einer Ebene erwartet.

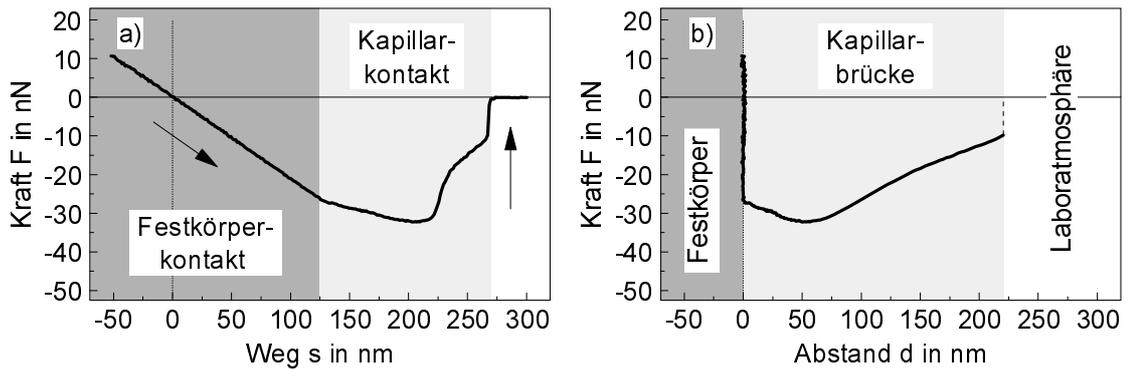
Zum Vergleich mit gemessenen Kraft-Weg-Kurven zeigt das **Bild 5.18a** die Rücklaufkurve einer F-s-Messung zwischen einer Si-Spitze und einer Siliciumprobe die bei einer relativen Luftfeuchte von  $\varphi = 35$  % aufgenommen wurde. Der dargestellte Kurvenverlauf  $F(s)$  ist dabei qualitativ unabhängig von der Luftfeuchte und sowohl für die Paarung Silicium gegen Silicium, als auch für Silicium gegen Saphir charakteristisch (vgl. auch Bild 4.10, Kap. 4.1.3).



**Bild 5.18:** Kraft-Weg-Messung zwischen einer Siliciumspitze und einer Siliciumprobe bei  $\varphi = 35$  %:  
 a) Kraft-Weg-Kurve (Rücklauf), b) aus a) abgeleitete Kraft-Abstands-Kurve.

Aus dem linearen Verlauf der F-s-Kurve bis zum Kontaktabriß bei  $-F = F_A$  kann geschlossen werden, daß der Abstand  $d_{SP}$  zwischen Spitze und Probe bis zur Trennung der Oberflächen mit  $d_{SP} \approx 0$  konstant blieb. Dies wird auch anhand der aus der Kraft-Weg-Kurve abgeleiteten Kraft-Abstands-Kurve (F-d-Kurve,  $d \approx d_{SP}$ ) ersichtlich, die im Bild 5.18b dargestellt ist. Die Ausbildung einer Kapillarbrücke im Sinne der Modellvorstellung (vgl. Bild 5.17) war anhand des Kurvenverlaufs i.a. nicht festzustellen.

Eine Messung der Kapillarwechselwirkung war meßtechnisch möglich und konnte bei speziellen Systemen auch beobachtet werden, wie am Beispiel der im **Bild 5.19** dargestellten Rücklaufkurve dokumentiert wird. Die zu dieser Messung eingesetzte Siliciumspitze wurde zuvor im Rasterelektronenmikroskop untersucht und ist dadurch, wie später anhand von transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen nachgewiesen wurde, mit einer ca. 10-20 nm dicken Kontaminatschicht bedeckt worden. Die Kontamination der Siliciumprobe erfolgte ebenfalls im Rasterelektronenmikroskop durch mehrfaches Rastern des Elektronenstrahls über einen festen Probenbereich. Die dabei aufgebrachte Kontaminatdicke lag bei ca. 1-2 nm und wurde aus RKM-Topographien ermittelt. Im Vergleich zu nichtkontaminierten Probenbereichen war anhand von Reibungskontrastaufnahmen eine um etwa 30 % höhere Reibungskraft festzustellen. Die Messung der Kraft-Weg-Kurve fand unter Laborluft bei  $\varphi = 35$  % statt.



**Bild 5.19:** Kraft-Weg-Messung zwischen einer kontaminierten Siliciumspitze und einer kontaminierten Siliciumprobe bei  $\phi = 35\%$ :

a) Kraft-Weg-Kurve (Rücklauf), b) aus a) abgeleitete Kraft-Abstands-Kurve.

Aus der Betrachtung der im Bild 5.19a dargestellten Kraft-Weg-Kurve und der daraus abgeleiteten Kraft-Abstands-Kurve (Bild 5.19b) kann zwischen zwei Kontaktzuständen, einem Festkörper- und einem Kapillarkontakt unterschieden werden. Im Festkörperkontakt entspricht der Betrag des Anstieges  $dF/ds$  der Größe der Federkonstante  $k_C$  des verwendeten Cantilevers. Dabei war der Abstand zwischen Spitze und Probe mit  $d_{SP} \approx 0$  konstant. Aus der Änderung des Anstieges  $dF/ds$  bei  $-F \approx 27$  nN und  $s \approx 125$  nm wurde auf eine Trennung der Oberflächen aus dem Festkörperkontakt geschlossen. Für  $d > 0$  nahm der Abstand mit  $d \approx d_{SP}$  mit dem Weg  $s$  zu. Die dabei registrierte Kraftwechselwirkung ließ auf einen fortbestehenden Kapillarkontakt schließen. Im Bereich der Kapillarbrücke bzw. des Kapillarkontaktes zeigte sich für die in diesem Fall vermutlich hydrophoben Oberflächen bei der Abstandsabhängigkeit der Kraft (Bild 5.19b) ein qualitativ mit der im Bild 5.17 dargestellten Modellkurve  $F_{kap}(d_{SP})$  korrespondierendes Verhalten. Bei  $s \approx 270$  nm bzw.  $d \approx 220$  nm kam es dann zum Abriß der Kapillarbrücke und damit zur vollständigen Trennung von Spitze und Probe aus dem Kontakt.

Bei der im Bild 5.17 gezeigten Modellkurve blieb eine Festkörperadhäsion zwischen den Oberflächen unberücksichtigt. Die Ausbildung einer Kapillarbrücke kann aber offensichtlich erst nach Trennung der Festkörperoberflächen (d.h.  $d_{SP} > 0$ ) stattfinden, wie die im Bild 5.19b dargestellte Meßkurve belegt. Es ist anzunehmen, daß diese Trennung spontan erfolgt, so daß die daraus resultierende Änderung der Kraft  $dF/d(d_{SP})$  größer sein kann als die Änderung  $dF_{kap}/d(d_{SP})$  und eine Kapillarbrückenbildung damit unterdrückt werden wird. In diesem Zusammenhang ist auch zu berücksichtigen, daß dem theoretischen Modell ein Gleichgewichtszustand bei der Beschreibung der Kapillarwechselwirkung zu Grunde gelegt wird. Dies setzt eine Trägheit des Systems voraus, die bei schnellen Kraftänderungen nicht mehr gegeben ist. Übersteigt der Betrag der Festkörperadhäsionskraft die Größe der Kapillarkraft ( $F_{adh} > F_{kap}$ ), so ist eine Differenzierung beider Kräfte aus der F-s-Messung generell nicht möglich.

Anhand der Kraft-Weg-Messungen zwischen Silicium und Silicium sowie Silicium und Saphir war i.a. keine Kapillarbrückenbildung nachzuweisen. In beiden Fällen wurde jedoch meist eine mit steigender relativer Luftfeuchte zunehmende Abrißkraft  $F_A(\phi)$  festgestellt, so daß neben einer Festkörperadhäsion vermutlich auch Kapillarwechselwirkungen eine Rolle spielten. Die diesbezüglichen Abhängigkeiten waren an die jeweilige Materialpaarung gebunden und werden daher im Folgenden zusammen mit den Reibungsmessungen betrachtet.

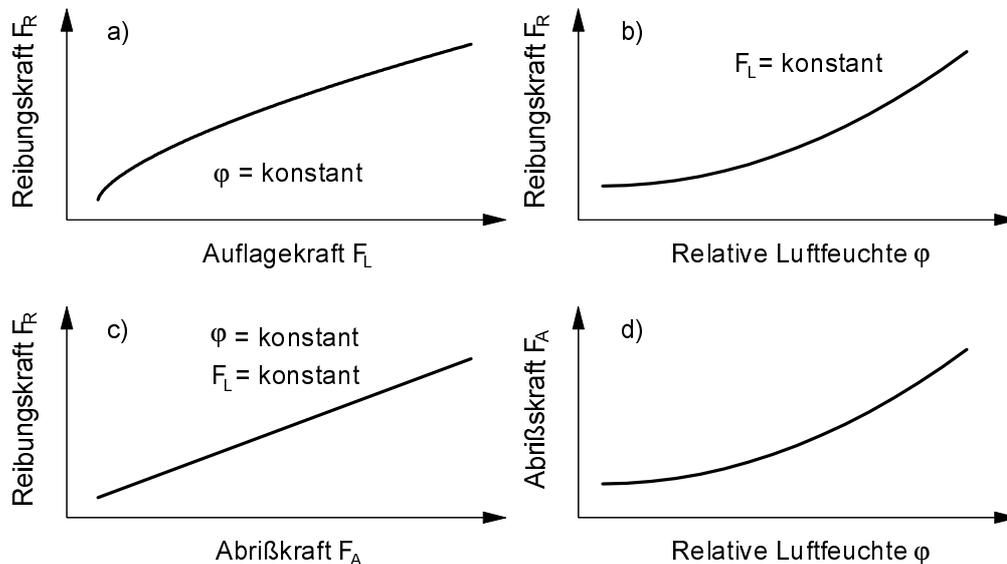
## 5.4 Reibungs- und Kontaktwechselwirkungen zwischen Silicium und Silicium

Wie in der Ergebnisdarstellung zum **Einfluß der Topographie** im Kapitel 4.1.4.1 gezeigt wurde, ergab sich aus dem Vergleich der lokalen Topographiesteigung  $s(x,y)$  mit der Änderung der lokalen Reibungskraft  $F_R(x,y)$ , daß die Reibungskraft in Rasterrichtung bei positiver Topographiesteigung zunahm und bei negativer Steigung abfiel. Dieses Verhalten wird auf die steigungsabhängige Änderung der Normalkraftkomponente senkrecht zur lokalen Oberflächenebene zurückgeführt<sup>†</sup>. Die Beschreibung der Reibungskraftänderung kann näherungsweise mit der Gleichung

$$F_R(x,y) = F_R + s(x,y) \cdot F_N \quad (5.6)$$

erfolgen [45, 120, 121, 124, 176, 177]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde die Reibungskraft als Mittelwert über einer Fläche oder einer Rasterlinie ermittelt. Aufgrund der gezeigten Gleichverteilung der Topographiesteigungen und der damit korrespondierenden Verteilung der lokalen Reibungskraft wurden auftretende Reibungskraftänderungen im statistischen Mittel ausgeglichen und waren bei der Angabe der Reibungskraft zu vernachlässigen.

Anhand der unter Variation der **Auflagekraft  $F_L$**  und der **relativen Luftfeuchte  $\varphi$**  durchgeführten Reibungs- und Abrißkraftmessungen waren qualitativ die im **Bild 5.20** skizzierten Abhängigkeiten zu beobachten:



**Bild 5.20:** Qualitative Abhängigkeiten der Reibungs- und Abrißkraft zwischen Silicium und Silicium: a) Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei konstanter relativer Luftfeuchte  $\varphi$ , b) Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  bei konstanter Auflagekraft  $F_L$ , c) Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der statischen Abrißkraft  $F_A$  bei konstanter relativer Luftfeuchte  $\varphi$  und konstanter Auflagekraft  $F_L$ , d) statische Abrißkraft  $F_A$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ .

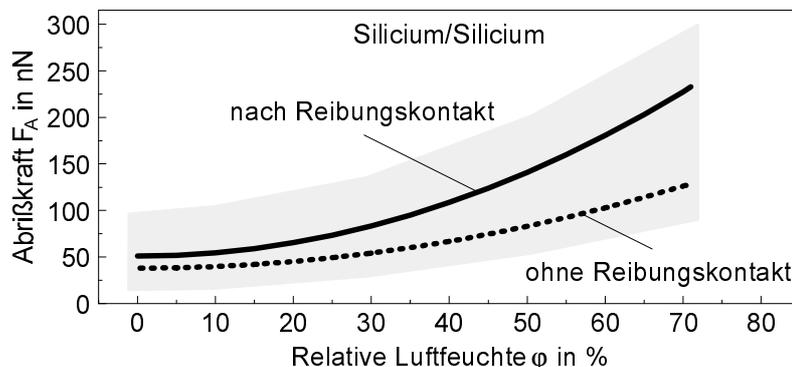
<sup>†</sup> vgl. Kapitel 2.2.2: 'Topographie und Lateralkraftkontrast', Gl. 2.24-2.27

Demnach nahm die Reibungskraft bei konstanter relativer Luftfeuchte mit steigender Auflagekraft zu. Für eine konstante Auflagekraft wurde mit steigender relativer Luftfeuchte eine Zunahme der Reibungskraft ermittelt. Weiterhin war anhand der Messungen zur statischen Abrißkraft eine Korrelation zwischen der Reibungs- und der Abrißkraft zu beobachten. Bei konstanter Luftfeuchte und konstanter Auflagekraft war mit einer Zunahme der Abrißkraft in gleichem Maße auch eine Zunahme der Reibungskraft festzustellen. In Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte nahm die statische Abrißkraft mit steigender Feuchte zu. Der Vergleich der dargestellten Abhängigkeiten untereinander zeigt, daß offensichtlich in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte ein direkter Zusammenhang zwischen der Änderung der Abrißkraft und der Änderung der Reibungskraft vorlag.

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Abriß- und Reibungskraftmessungen bewertet und hinsichtlich vorhandener Zusammenhänge diskutiert.

### Abrißkraft zwischen Silicium und Silicium

Für die Paarung Silicium gegen Silicium wurde anhand der durchgeführten Kraft-Weg-Messungen eine mit steigender relativer Luftfeuchte zunehmende statische Abrißkraft festgestellt. Dabei war zwischen der Abrißkraft im unbeanspruchten Zustand, d.h. ohne vorhergehende Reibungsbeanspruchung und der Abrißkraft nach erfolgter Reibungsbeanspruchung zu unterscheiden. Das **Bild 5.21** zeigt die Abrißkraft in Abhängigkeit von der Luftfeuchte für diese beiden Zustände in einer vereinfachten Darstellung. Die quantitativen Angaben beziehen sich dabei ausschließlich auf Messungen, die mit Spitzen von einer Endbreite  $B_t$  zwischen 50 und 100 nm durchgeführt wurden. Der in der Graphik grau unterlegte Bereich charakterisiert näherungsweise den Streubereich, in dessen Grenzen sich die Abrißkraft unter Berücksichtigung der Meßwertstreuungen beim Einsatz unterschiedlicher Si-Cantilever einstellte.



**Bild 5.21:** Statische Abrißkraft  $F_A$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\phi$  sowie ohne und nach einem Reibungskontakt.

Im vorbeanspruchten Zustand lag die Abrißkraft im Mittel um den Faktor 1,5-2 über der Abrißkraft des unbeanspruchten Zustandes. Die qualitative Abhängigkeit  $F_A(\phi)$  war dagegen in beiden Fällen nahezu identisch und folgte näherungsweise einer Proportionalität gemäß  $F_A(\phi) \sim \phi^2$ . Zwischen 10 und 70 % r.F. war der Kurvenverlauf auch durch eine exponentielle Abhängigkeit mit  $F_A(\phi) \sim e^{C \cdot \phi}$  zu beschreiben, wobei  $C > 0$  hierbei eine versuchsabhängige Konstante darstellt. Die beobachtete Abhängigkeit ließ auf eine Zunahme der Kapillarwechselwirkung mit steigender Luftfeuchte schließen. Die höhere Abrißkraft im vorbeanspruchten

Zustand war als Hinweis darauf zu werten, daß eine Modifizierung der Oberflächeneigenschaften durch die Kontaktbeanspruchung stattgefunden hatte. Eine Ursache für die zunehmende Adhäsionsneigung kann in einer durch den Reibungskontakt veränderten chemischen Oberflächenstruktur begründet sein. Dabei kann angenommen werden, daß das adsorbierte Wasser verdrängt und die Bindungen der OH-Gruppen an der SiO<sub>2</sub>-Oberfläche gestört bzw. aufgebrochen wurden. Dies führt in jedem Fall zu einer Erhöhung der Oberflächenenergie. Möglich ist hierbei eine Zunahme der Benetzungsfähigkeit, die nach [109] eine höhere Kapillarkraft zur Folge hat.

Die beobachtete Abhängigkeit  $F_A(\varphi)$  konnte mit bekannten, z.B. in [109, 168, 172, 173] angegebenen Modellrechnungen zur Abschätzung der Kapillarkraft weder quantitativ noch qualitativ hinreichend beschrieben werden. Es wurde jedoch ein direkter Zusammenhang mit der Adsorption von Wasser an den Oberflächen vermutet.

Die Adsorption von Gasmolekülen an Festkörperoberflächen kann mit Hilfe sogenannter Adsorptionsisothermen beschrieben werden. Bei konstanter Temperatur wird damit das adsorbierte Gasvolumen  $V_a$  (od. die Grenzflächenkonzentration) eines Gases in Abhängigkeit von dessen Dampfdruck  $p$  charakterisiert. Allgemein werden fünf Formen unterschieden (Typ I bis V) [13]. Der Typ I kennzeichnet die Adsorption bis zur vollständigen Bedeckung mit einer Monolage (LANGMUIR-Typ). Bis zum Erreichen der monomolekularen Bedeckung wird der Funktionsverlauf auch als LANGMUIR-Isotherme bezeichnet und läßt sich mit der von *Langmuir* aus kinetischen Betrachtungen abgeleiteten Beziehung

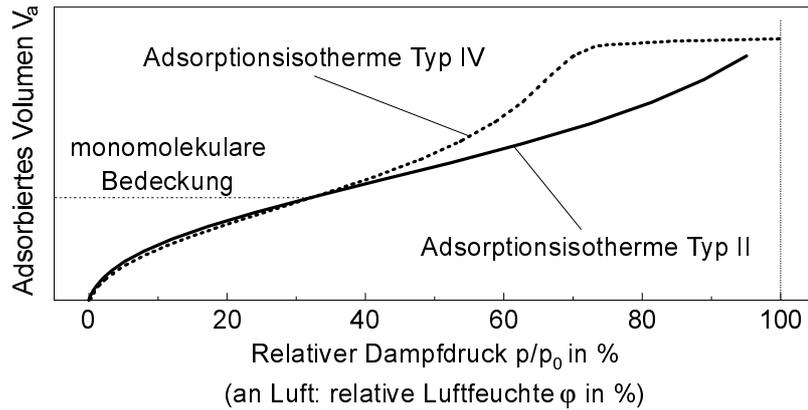
$$V_a = \frac{CV_m p}{1 + Cp} \quad (5.7)$$

beschreiben.  $V_m$  ist dabei die Grenzflächenkonzentration bei gerade vollständiger monomolekularer Bedeckung und  $C$  eine vom speziellen System abhängige Konstante [178]. Die Isotherme vom Typ II beschreibt eine im Anfang starke Physisorption, die mit Erreichen einer Monolage in eine schwächere Form mit anschließender multimolekularer Bedeckung übergeht. Zur Beschreibung dieser Mehrschichtadsorption eignet sich z.B. die von *Brunauer*, *Emmett* und *Teller* als Erweiterung der LANGMUIR-Isotherme aufgestellte BET-Gleichung:

$$V_a = \frac{CV_m}{p_0 - p} \left[ 1 + (C - 1) \frac{p}{p_0} \right] \quad (5.8)$$

wobei  $C$  eine systemspezifische Konstante ist [13, 178]. Beim Typ III ist im Vergleich zu Typ II die Physisorption bei niederem Dampfdruck schwächer ausgeprägt. Typ IV und Typ V charakterisieren die Kapillarkondensation an Oberflächenporositäten bzw. Mikrorauheiten. Dabei stellt sich das maximal adsorbierbare Gasvolumen bereits vor Erreichen des Sättigungsdampfdruckes  $p_0$  ein. Für die Adsorption von Wasserdampf an hydrophilen Oberflächen wird nach [110] ein Verhalten gemäß Typ II und an hydrophoben Oberflächen nach Typ III erwartet. Die Adsorptionsisothermen vom Typ II und IV sind im **Bild 5.22** schematisch dargestellt.

In beiden Kurven wird die monomolekulare Bedeckung durch den ersten Wendepunkt innerhalb des Kurvenverlaufs markiert. Bei fortschreitender Erhöhung des Dampfdruckes steigt das adsorbierte Volumen weiter an. Hierbei geht die monomolekulare in eine multimolekulare Bedeckung über, indem auf der ersten Adsorbatschicht weitere Schichten gebunden werden [83, 178, 179].



**Bild 5.22:** Schematische Darstellung der Adsorptionsisothermen vom Typ II und Typ IV für die Adsorption eines Gases an einer Festkörperoberfläche als Funktion des adsorbierten Gasvolumens  $V_a$  in Abhängigkeit vom relativen Dampfdruck  $p/p_0$ .  $p_0$  kennzeichnet den Sättigungsdampfdruck des Gases (nach [13, 178]).

Der qualitative Vergleich der Adsorptionsisothermen im Bild 5.22 mit der im Bild 5.21 dargestellten Abhängigkeit der gemessenen Abrißkraft  $F_A(\varphi)$  zeigte für  $\varphi > 5-10\%$  eine weitgehende Übereinstimmung im Kurvenverlauf. Unter der Annahme, daß sich die Abrißkraft additiv aus der feuchteabhängigen Kapillarkraft  $F_{\text{kap}}$  und einer Festkörperadhäsionskraft  $F_{\text{adh}}$  zusammensetzt und daß von einer direkten Proportionalität  $F_{\text{kap}} \sim V_a$  ausgegangen werden kann, folgt

$$\begin{aligned} F_A(\varphi) &= F_{\text{kap}}(\varphi) + F_{\text{adh}} \\ &= C_{\text{kap}} \cdot V_a(\varphi) + F_{\text{adh}} \end{aligned} \quad (5.9)$$

wobei  $C_{\text{kap}}$  einen vom betrachteten System abhängigen Proportionalitätsfaktor darstellt, der wahrscheinlich auch von der Kontaktgeometrie abhängig ist. Die Proportionalität  $F_{\text{kap}} \sim V_a$  läßt sich anschaulich auch damit begründen, daß bei rauheitsbehafteten Oberflächen immer ein bestimmtes, vom Adsorptionsvolumen abhängiges Flüssigkeitsvolumen zwischen der Spitzen- und der Probenoberfläche eingeschlossen wird. Nach [13] berechnet sich die Kapillarkraft  $F_{\text{kap}}$  für ein zwischen zwei Ebenen befindliches Flüssigkeitsvolumen  $V_L$  zu

$$F_{\text{kap}} = 2\gamma_L V_L / d^2 \quad (5.10)$$

mit der Oberflächenspannung der Flüssigkeit  $\gamma_L$ . Der Abstand  $d$  der Ebenen wird dabei durch eine Gleichverteilung der Mikrorauheiten im Kontaktbereich konstant gehalten. Die Änderung des eingeschlossenen Volumens führt damit direkt zu einer Änderung der Kapillarkraft.

Die in den Messungen mit steigender relativer Luftfeuchte zunehmende Abrißkraft  $F_A$  gab demnach primär den Bedeckungsgrad der Oberflächen mit adsorbiertem Wasser aus der Umgebungsatmosphäre wieder. Die Kapillarkraftkomponente der Abrißkraft nahm proportional mit dem zwischen Spitzen- und Probenoberfläche eingeschlossenen Adsorptionsvolumen zu. Für  $\varphi < 10\%$  kann angenommen werden, daß der Anteil aus der Adsorption zurück ging ( $V_a \rightarrow 0$ ) und der Beitrag aus der Festkörperadhäsion stärker hervor trat. Eine vollständig wasserfreie Oberfläche darf allerdings nicht vorausgesetzt werden, da eine partielle Restbedeckung mit fest an den OH-Gruppen der Oberfläche gebunden Wassermolekülen anzunehmen war. Diese Bedeckung wird durch den einfachen Austausch der feuchten durch

die trockene Luft unbeeinflusst bleiben [77, 78]. Zwischen 10-30 % r.F. war anhand der Meßergebnisse keine oder nur eine geringe Zunahme der Abrißkraft mit steigender Feuchte zu verzeichnen. Dies korrespondiert mit dem Adsorptionsverhalten beim Erreichen einer monomolekularen Wasserbedeckung, die für oxidische Oberflächen bei einer relativen Luftfeuchte von etwa 20 % erwartet wird [83].

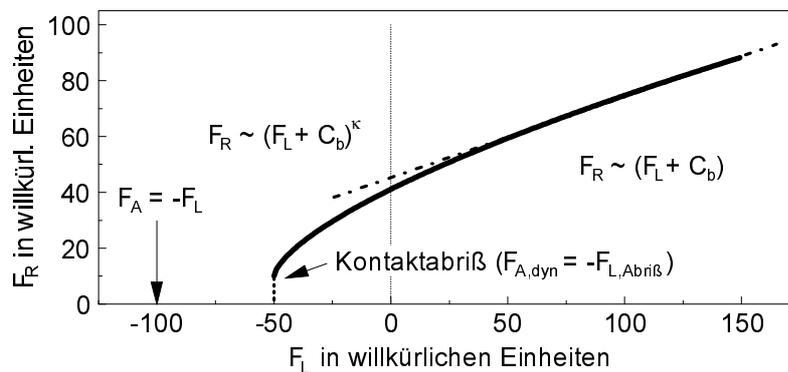
### Reibungskraft zwischen Silicium und Silicium

Die Untersuchungen zur Reibung zwischen Silicium und Silicium wurden mit einer Auflagekraft von bis zu  $F_L = 150$  nN und bei einer relativen Luftfeuchte zwischen  $\phi < 1$  % und  $\phi = 70$  % durchgeführt. Den im Folgenden dargestellten quantitativen Angaben zur Reibungs- und Abrißkraft liegen ausschließlich Meßwerte zu Grunde, die mit Spitzen von einer Endbreite  $B_t$  zwischen 50 und 100 nm ermittelt wurden. Um die Beschreibung der Abhängigkeiten zu vereinfachen, wurden die entsprechenden Reibungskraftmeßwerte durch die Anwendung von Ausgleichsfunktionen der Form

$$F_R = C_a (F_L + C_b)^\kappa + C_c (F_L + C_b) \quad (5.11)$$

gemittelt, wobei die Konstanten  $C_a$ ,  $C_b$  und  $C_c$  sowie der Exponent  $\kappa$  (mit  $0 < \kappa < 1$ ) jeweils versuchsspezifische Parameter waren.

Unter Variation der Auflagekraft wurden prinzipiell zwei Abhängigkeiten der Reibungs- von der Auflagekraft beobachtet, die qualitativ im **Bild 5.23** dargestellt sind.



**Bild 5.23:** Qualitative Änderung der Reibungskraft  $F_R$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$ .

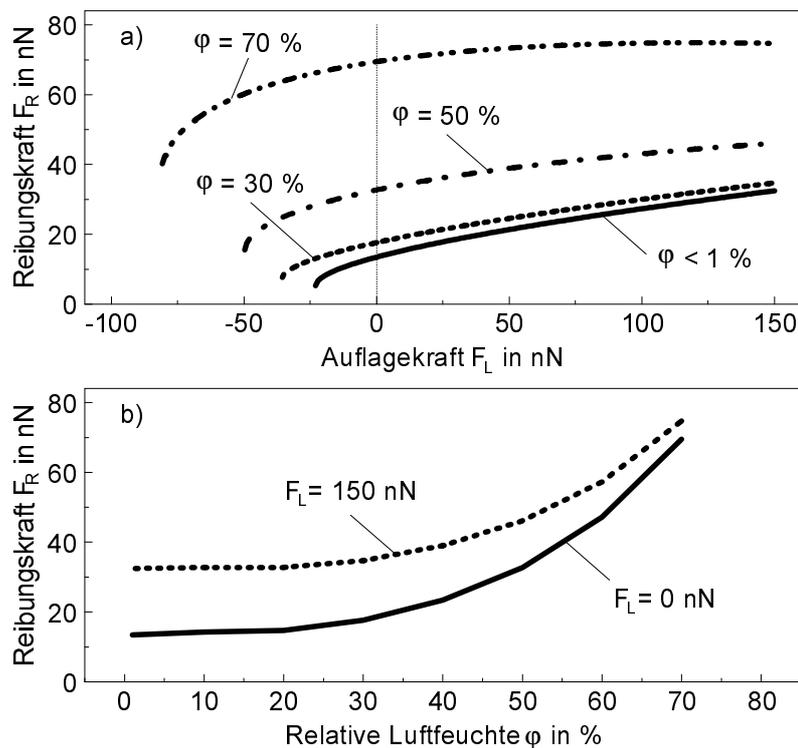
Bei einer Auflagekraft von  $< 50$  nN wurde meist eine nichtlineare Abhängigkeit registriert. Der Funktionsverlauf  $F_R(F_L)$  der Meßwertkurven konnte in diesem Bereich qualitativ mit  $F_R \sim (F_L + C_b)^\kappa$  beschrieben werden, was dem linken Term in Gl. 5.11 entspricht. Bei höherer Auflagekraft war dagegen mehr eine lineare Abhängigkeit der Form  $F_R \sim (F_L + C_b)$  zu beobachten, die mit dem rechten Term in Gl. 5.11 berücksichtigt wird. Für den gesamten Auflagekraftbereich war von einer Überlagerung beider Funktionen auszugehen.

Als weitere charakteristische Größe war der Kontaktabriß aus der Gleitbewegung heraus anzusehen, die als dynamischen Abrißkraft  $F_{A,dyn}$  bezeichnet und mit

$$F_{A,dyn} = -F_{L,Abriß} \quad (5.12)$$

in Analogie zur Definition der statischen Abrißkraft  $F_A$  der Auflagekraft gleichgesetzt wurde, bei der ein Reibungskontakt gerade noch aufrecht erhalten werden konnte (Bild 5.23).

Im **Bild 5.24a** sind die aus den Meßwerten (vgl. Bild 4.19, Kap. 4.1.4.2) mit Gl. 5.11 ermittelten Ausgleichskurven der Reibungskraft  $F_R$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  für eine relative Luftfeuchte von  $\varphi < 1\%$ ,  $\varphi = 30\%$ ,  $\varphi = 50\%$  und  $\varphi = 70\%$  aufgetragen. Mit steigender Luftfeuchte nahm die Reibungskraft insgesamt zu, wobei gleichzeitig die Nichtlinearität im Kurvenverlauf für  $F_L < 50$  nN stärker hervortrat. Für den linearen Bereich war festzustellen, daß der Anstieg im Kurvenverlauf mit steigender relativer Luftfeuchte abnahm. Bei  $\varphi = 70\%$  blieb die Reibungskraft ab  $F_L > 50$  nN mit zunehmender Auflagekraft konstant und war somit unabhängig von  $F_L$ . Das wird auch anhand der im **Bild 5.24b** gezeigten Abhängigkeit der Reibungskraft  $F_R$  von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  deutlich, die exemplarisch für eine Auflagekraft von  $F_L = 0$  und  $F_L = 150$  nN dargestellt wird (vgl. auch Bild 4.21, Kap. 4.1.4.3).



**Bild 5.24:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  und der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ :

- a)  $F_R(F_L)$  bei  $\varphi < 1\%$ ,  $\varphi = 30\%$ ,  $\varphi = 50\%$  und  $\varphi = 70\%$ ,
- b)  $F_R(\varphi)$  bei  $F_L = 0$  und  $F_L = 150$  nN.

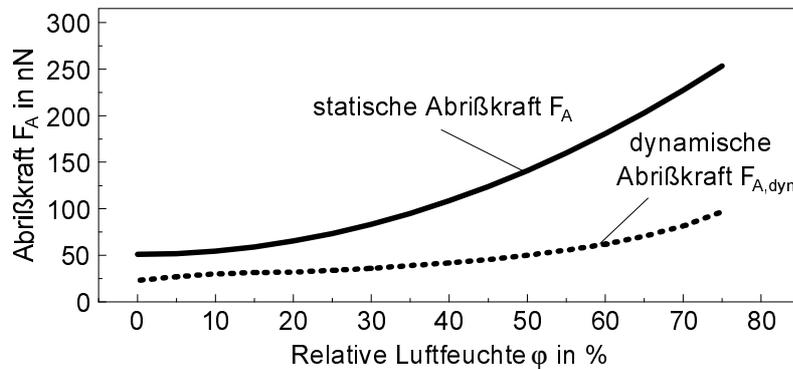
Die im Bild 5.24a gezeigten Meßergebnisse belegen ebenfalls, daß der Reibungskontakt auch bei negativer Auflagekraft erhalten blieb. Als Ursache dafür war eine im Kontakt wirkende Adhäsionskraft anzunehmen, die als additive Normalkraftkomponente zusätzlich zur extern durch den Cantilever aufgeprägten Auflagekraft zur tatsächlichen Normalkraft beitrug.

In der Literatur wird zur Angabe einer Normalkraft  $F_N$  oft der Ansatz

$$F_N = F_L + F_A \tag{5.13}$$

verwendet, nachdem sich die Normalkraft aus der Summe der extern aufgeprägten Auflagekraft  $F_L$  und der statischen Abrißkraft  $F_A$  ergibt (vgl. z.B. [99, 121, 180]). Davon ausgehend wäre zu erwarten, daß ein Reibungskontakt und damit eine Reibungskraft  $F_R > 0$  solange

erhalten bleibt, wie die Bedingung  $(F_L + F_A) > 0$  bzw.  $-F_L < F_A$  erfüllt ist. Bei den durchgeführten Reibungsmessungen war dies jedoch nicht der Fall. Das **Bild 5.25** gibt hierzu die zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte ermittelte statische und dynamische Abrißkraft wieder (vgl. auch Bild 5.21). Die dargestellten Kurven entsprechen dabei den aus den Meßwerten (vgl. Bild 4.12, Kap. 4.1.3 sowie Bild 4.21-4.22, Kap. 4.1.4.3) berechneten Ausgleichsfunktionen.



**Bild 5.25:** Statische Abrißkraft  $F_A$  und dynamische Abrißkraft  $F_{A,dyn}$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\phi$ .

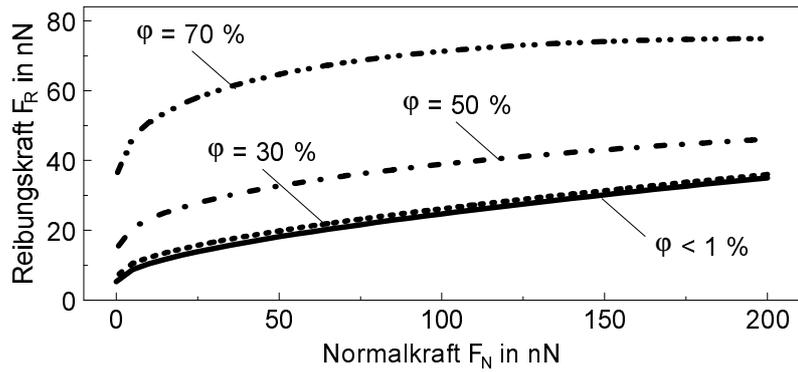
Die Werte für die dynamische Abrißkraft waren im Mittel mit  $F_{A,dyn} \approx (0,3..0,5) \cdot F_A$  deutlich kleiner als die statische Abrißkraft. Eine Ursache für die Differenz beider Größen liegt vermutlich in unterschiedlichen Gleichgewichtsbedingungen im Kontakt begründet. Während im statischen Fall primär nur Normalkraftkomponenten wirken, sind beim dynamischen Kontaktabriß die aus der Gleitbewegung resultierenden Tangentialkräfte zu berücksichtigen, die das Einstellen eines Gleichgewichtszustandes im Kontakt behindern und somit eine niedrigere Abrißkraft zur Folge haben können.

Zur Angabe einer Normalkraft erscheint es zweckmäßiger anzunehmen, daß die effektiv im Gleitkontakt wirksame Adhäsionskomponente der Normalkraft durch die dynamische Abrißkraft  $F_{A,dyn}$  wiedergegeben wird und somit näherungsweise die Beziehung

$$F_N = F_L + F_{A,dyn} \quad (5.14)$$

vorzuziehen ist. Die Angabe von  $F_{A,dyn}$  ist jedoch nur unter den Bedingungen sinnvoll, daß ein stetiger Funktionsverlauf  $F_R(F_L)$  bis zum Kontaktabriß vorliegt und  $F_L < 0$  ist. Ein spontaner Kontaktabriß kann z.B. auch an einer Rauheitsspitze erfolgen. Der bei den Messungen zwischen Silicium und Silicium beobachtete stetige nichtlineare Kurvenverlauf  $F_R(F_L)$  bis zum Abriß läßt jedoch den Schluß zu, daß solche Effekte auszuschließen waren.

Die Gültigkeit von Gl. 5.14 vorausgesetzt und unter der Annahme einer von der Auflagekraft unabhängigen Adhäsionskraft kann die in Gl. 5.11 verwandte Konstante  $C_b = F_{A,dyn}$  gesetzt werden. Damit ist auch eine Darstellung der Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der Normalkraft  $F_N$  gegeben. Das **Bild 5.26** zeigt hierzu die aus den Werten nach Bild 5.24a und Bild 5.25 ermittelte Abhängigkeit  $F_R(F_N)$ .

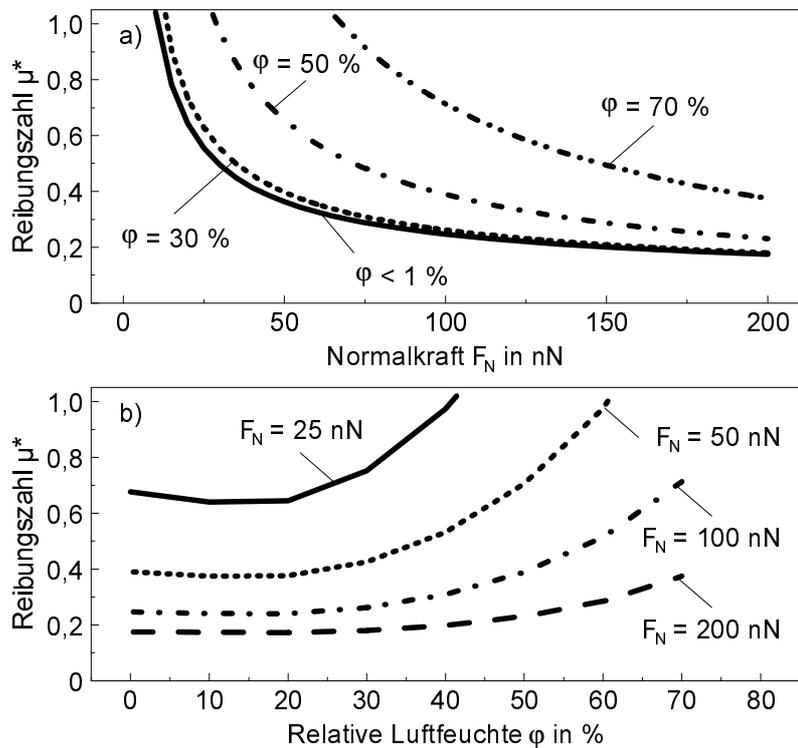


**Bild 5.26:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Silicium und Silicium in Abhängigkeit von der Normalkraft  $F_N = F_L + F_{A, \text{dyn}}$  bei  $\varphi < 1 \%$ ,  $\varphi = 30 \%$ ,  $\varphi = 50 \%$  und  $\varphi = 70 \%$ .

Mit Kenntnis der Normalkraft  $F_N$  nach Gl. 5.14 ist ebenso eine Reibungszahl  $\mu^*$  gemäß

$$\mu^* = \frac{F_R}{F_L + F_{A, \text{dyn}}} \quad (5.15)$$

anzugeben, wobei aus der Gleichung auch hervorgeht, daß für  $F_{A, \text{dyn}} \ll F_L$  die Adhäsionskomponente der Normalkraft vernachlässigbar wird und näherungsweise  $F_N \approx F_L$  angenommen werden kann. Das **Bild 5.27** zeigt hierzu für die Werte nach Bild 5.26 die Reibungszahl  $\mu^*$  in Abhängigkeit von der Normalkraft  $F_N$  und der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ .



**Bild 5.27:** Reibungszahl  $\mu^*$  für Silicium gegen Silicium in Abhängigkeit von der Normalkraft  $F_N = F_L + F_{A, \text{dyn}}$  und der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ :

- a)  $\mu^*(F_N)$  bei  $\varphi < 1 \%$ ,  $\varphi = 30 \%$ ,  $\varphi = 50 \%$  und  $\varphi = 70 \%$ ,
- b)  $\mu^*(\varphi)$  bei  $F_N = 25 \text{ nN}$ ,  $F_N = 50 \text{ nN}$ ,  $F_N = 100 \text{ nN}$  und  $F_N = 200 \text{ nN}$ .

Anhand der Darstellung wird ersichtlich, daß die Reibungszahl bei kleiner Normalkraft hohe Werte mit  $\mu^* \gg 1$  annahm und mit steigender Normalkraft einem Grenzwert zustrebte. Eine Extrapolation des Funktionsverlaufs lieferte z.B. für eine angenommene Normalkraft  $F_N = 800-1000 \text{ nN}$  eine von der relativen Luftfeuchte unabhängige Reibungszahl  $\mu^*$  zwischen 0,11 und 0,12. Bei einer angenommenen Normalkraft von  $F_N > 5 \mu\text{N}$  ergaben sich konstante Reibungszahlen von z.B.  $\mu^*(\varphi < 1\%) \approx 0,1$  und  $\mu^*(\varphi = 70\%) \approx 0,05$ . Eine konstante Adhäsionskomponente vorausgesetzt und mit  $F_L \gg F_{A, \text{dyn}}$  folgt nach Gl. 5.14 für die Normalkraft  $F_N \approx F_L$ , so daß der gezeigte Reibungszahlverlauf dann auch näherungsweise für die Abhängigkeit von der Auflagekraft angenommen werden kann.

Zum Verständnis der gezeigten Abhängigkeiten kann anhand des in Kapitel 5.1.1 dargestellten Topographiemodells der Siliciumoberflächen angenommen werden, daß die mittlere Rauhtiefe der Siliciumproben unterhalb von 3 nm lag. Die Rauhtiefe an den Siliciumspitzen war aufgrund der verschleißbedingten Abplattung (vgl. Kap. 5.2) vermutlich noch kleiner. Unter diesen Bedingungen wird ein Kontakt zwischen Spitzen- und Probenoberfläche nur in diskreten Mikrokontakten stattgefunden haben, so daß die reale Kontaktfläche  $A_R$  deutlich kleiner anzusetzen ist, als die mit der Spitzenendfläche gleichzusetzende geometrische Kontaktfläche  $A_G$  [181, 182]. Unter der Wirkung der Auflagekraft und der Adhäsionskraft ist es möglich, daß einzelne Oberflächenrauheiten einer elastisch-plastischen Verformung unterlagen, was eine Vergrößerung der realen Kontaktfläche zur Folge hätte [101, 102, 183]. Damit sind die Voraussetzungen für einen Vergleich der Meßdaten mit dem durch das JKR-Modell (*Johnson-Kendall-Roberts, 1971*) der Festkörperadhäsion [104] erweiterten Modell der Festkörperreibung nach *Bowden* und *Tabor* [181] gegeben:

Ausgehend von zwei im nicht-adhäsiven Kontakt befindlichen elastischen Körpern bestimmt sich bei angenommener HERTZ'scher Verformung unter einer Kraft  $F_L$  die reale Kontaktfläche  $A_R$  zwischen einer kugelförmigen Spitze mit dem Radius  $R$  gegenüber einer Ebene zu:

$$A_{R,\text{Hertz}} = \pi \left( \frac{R}{E_{\text{eff}}} F_L \right)^{2/3} \quad (5.16)$$

mit  $1/E_{\text{eff}} = [(1-\nu_1)^2 / E_1 + (1-\nu_2)^2 / E_2]$ . Dabei kennzeichnen  $E_i$  und  $\nu_i$  den Elastizitätsmodul und die Poisson-Zahl der Materialien von Spitze bzw. Ebene. Wird die Reibungskraft  $F_R$  nach [181] gemäß der Beziehung:

$$F_R = \tau A_R \quad (5.17)$$

mit  $\tau$  als dem Scherwiderstand im Kontakt und der realen Kontaktfläche  $A_R$  beschrieben, dann gilt für die Reibungskraft die Proportionalität  $F_R \sim F_L^{2/3}$ .

Unter der Annahme eines adhäsiven Kontakts zwischen den beteiligten Oberflächen wird der Ansatz nach Gl. 5.16 erweitert [104]. Die Kontaktfläche  $A_{R,\text{Hertz}}$  ist dabei durch die aus dem JKR-Modell resultierende Kontaktfläche  $A_{R,\text{JKR}}$  zu ersetzen und ergibt sich nach [109] zu

$$A_{R,\text{JKR}} = \pi \left( \frac{R}{E_{\text{eff}}} \left[ F_L + 3\pi R U_{12} + \sqrt{6\pi R U_{12} F_L + (3\pi R U_{12})^2} \right] \right)^{2/3} \quad (5.18)$$

Die im Kontakt zusätzlich zur Auflagekraft  $F_L$  wirksame Adhäsionskraft wird dabei mit der Adhäsionsenergie  $U_{12}$  berücksichtigt<sup>†</sup>, die gemäß  $U_{12} = \Delta\gamma$  der Änderung der Oberflächenenergie gleichzusetzen ist, die durch die Bildung einer Grenzfläche niedrigerer Energie im Kontakt frei wird. Dabei gilt  $U_{12} = \gamma_1 + \gamma_2 - \gamma_{12}$ , wobei  $\gamma_i$  die jeweilige Oberflächenenergie der kontaktierenden Festkörper und  $\gamma_{12}$  die Grenzflächenenergie im Kontakt darstellt. Bei einer negativen Kraft  $F_L < 0$ , d.h. beim Zurückziehen der Kugel von der Ebene, bleibt aufgrund der Adhäsion eine Haftung bestehen. Die Adhäsionskraft, die zur Trennung der Oberflächen aufgebracht werden muß, ist unter diesen Bedingungen vom Betrag gleich der aus dem JKR-Modell abzuleitenden Abrißkraft  $F_{A,JKR}$  [109]. Diese wird nach [109] zur Charakterisierung der adhäsiven Normalkraftkomponente mit der aus den Kraft-Weg-Kurven ermittelten Abrißkraft  $F_A$  gleichgesetzt. Mit

$$F_A = \frac{3}{2} \pi R U_{12} \quad (5.19)$$

und  $F_L + F_A = F_N$  als der Normalkraft gilt in Analogie zu Gl. 5.17 mit der Kontaktfläche  $A_{R,JKR}$  nach Gl. 5.18 für die mit dem RKM ermittelte Reibungskraft  $F_R(F_L, F_A)$ :

$$F_R = \tau \pi \left( \frac{R}{E_{\text{eff}}} \right)^{2/3} \left[ \left( \sqrt{F_L + F_A} + \sqrt{F_A} \right)^2 \right]^{2/3} \quad (5.20)$$

In Gl. 5.20 wird von einem konstanten Scherwiderstand  $\tau$  ausgegangen. Unter der Annahme, daß der Scherwiderstand von der mittleren Flächenpressung  $p_m = F_N/A_R$  abhängt, kann Gl. 5.20 durch einen Ansatz der Form:

$$\tau = \tau_0 + C_1 p_m \quad (5.21)$$

erweitert werden, mit  $C_1$  als einer Konstanten [184, 185]. Mit  $(\sqrt{F_L + F_A} + \sqrt{F_A})^2 = F_K$  und

$$\tau_0 \pi \left( \frac{R}{E_{\text{eff}}} \right)^{2/3} = C_0 \quad (5.22)$$

ergibt sich somit:

$$F_R = C_0 F_K^{2/3} + C_1 F_N \quad (5.23)$$

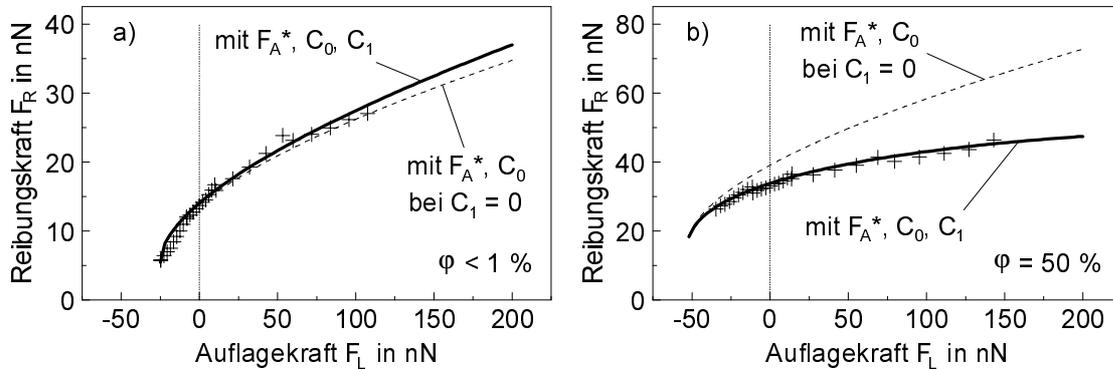
Für einen großen Wert von  $C_1$  ist eine eher lineare Abhängigkeit der Reibungskraft zu erwarten, während für kleine Werte von  $C_1$  vollständig oder anteilig mit einem nichtlinearen Verlauf zu rechnen ist [104]. Die Gl. 5.23 entspricht prinzipiell auch der zur Darstellung der Meßwerte verwendeten Ausgleichsfunktion nach Gl. 5.11.

Mit Hilfe von Gl. 5.23 wurde ein Vergleich der Meßkurven  $F_R(F_L)$  mit dem theoretischen Modell vorgenommen. Die Anpassung erfolgte durch Variation der Parameter  $C_0$  und  $C_1$ . Als Adhäsionskraft wurde in erster Näherung die aus dem dynamischen Kontakt heraus ermittelte Abrißkraft  $F_{A,dyn}$  herangezogen und gegebenenfalls durch einen Näherungswert  $F_A^*$  angeglichen.

Das **Bild 5.28** zeigt die Ergebnisse dieser Anpassung am Beispiel zweier Meßkurven für die Paarung Silicium gegen Silicium, die mit fallender Auflagekraftvariation bei  $\varphi < 1\%$  bzw.  $\varphi = 50\%$  aufgenommen wurden (vgl. Bild 4.19, Kap. 4.1.4.2). Die durchgezogenen Linien

<sup>†</sup> Bei gleichen Materialien gilt  $U_{12} = 2\gamma_{SV}$ , mit  $\gamma_{SV}$  als der Oberflächenenergie der Festkörper [109].

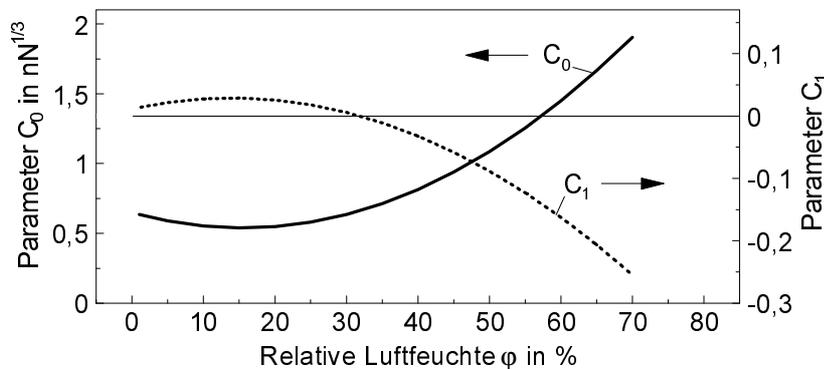
stellen die Anpassung mit dem vollen Parametersatz  $F_A^*$ ,  $C_0$  und  $C_1$  dar. Der mit einer gestrichelten Linie gekennzeichnete Kurvenverlauf gibt jeweils die Anpassung für den Fall wieder, daß der Scherwiderstand  $\tau = \tau_0$  als unabhängig von der Flächenpressung angesehen wurde ( $C_1 = 0$ ).



**Bild 5.28:** Anpassung des theoretischen Kurvenverlaufs nach Gl. 5.23 an die Meßwerte  $F_R(F_L)$  [+] für Silicium gegen Silicium:

- a)  $\varphi < 1\%$ , Anpassungsparameter:  $F_A^* = 25\text{ nN}$ ,  $C_0 = 0,64\text{ nN}^{1/3}$ ,  $C_1 = 0,01$
- b)  $\varphi = 50\%$ , Anpassungsparameter:  $F_A^* = 50\text{ nN}$ ,  $C_0 = 1,1\text{ nN}^{1/3}$ ,  $C_1 = -0,1$ .

Zusammenfassend zeigt das **Bild 5.29** die ermittelten Anpassungsparameter  $C_0(\varphi)$  und  $C_1(\varphi)$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte. Zur Darstellung des Funktionsverlaufs wurden die Werte durch eine quadratische Ausgleichsfunktion interpoliert.



**Bild 5.29:** Parameter  $C_0(\varphi)$  und  $C_1(\varphi)$  zur Anpassung von Gl. 5.23 an die Meßwerte  $F_R(F_L)$  für Silicium gegen Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ .

Der Parameter  $C_0$  konnte danach mit der Gleichung  $C_0 = (0,65 - 1,43 \varphi + 4,60 \varphi^2)\text{nN}^{1/3}$  und der Parameter  $C_1$  mit  $C_1 = 0,01 + 0,25 \varphi - 0,90 \varphi^2$  approximiert werden. Für die Berechnung wurde in beiden Gleichungen  $\varphi = (p/p_0)$  gesetzt. Die Parameter  $C_0$  und  $C_1$  waren über die von der Feuchte unabhängige Konstante  $C_2 = -0,20\text{ nN}^{-1/3}$  durch die lineare Beziehung  $C_1 = C_2 C_0 + 0,14$  miteinander verbunden. Anhand der Ausgleichsfunktionen wurde festgestellt, daß die Umkehrpunkte der  $C_0$ - und  $C_1$ -Kurven jeweils zwischen 10 und 20 % r.F. lagen.  $C_0(\varphi)$  durchlief dabei ein Minimum und nahm dann mit steigender Luftfeuchte in quadratischer Abhängigkeit zu. Der Parameter  $C_1$  wurde ab einer Luftfeuchte von ca. 35 % signifikant und fiel mit steigender Luftfeuchte immer weiter in den negativen Bereich ab.

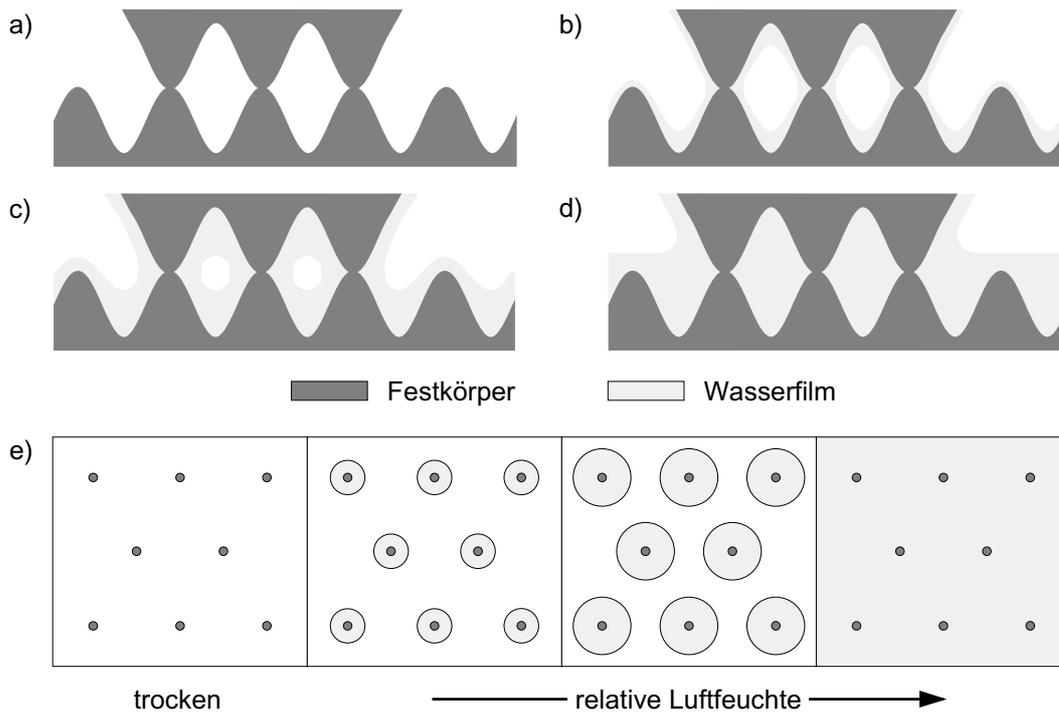
Der Parameter  $C_0$  ist nach Gl. 5.22 proportional zum Scherwiderstand  $\tau_0$  und zu  $(R/E_{\text{eff}})^{2/3}$ . Mit dem Parameter  $C_1$  wird nach Gl. 5.21 die Abhängigkeit des Scherwiderstandes von der mittleren Flächenpressung  $p_m$  angegeben. Aus dem Verlauf der Funktionen  $C_0(\varphi)$  und  $C_1(\varphi)$  sind verschiedene Interpretationen möglich:

1. Für  $(R/E_{\text{eff}})^{2/3} = \text{konstant}$ , d.h. unter gleichbleibenden geometrischen und elastischen Bedingungen folgt der Scherwiderstand  $\tau_0$  dem Verlauf der Funktion  $C_0(\varphi)$  und nimmt mit steigender Luftfeuchte in quadratischer Abhängigkeit zu.
2. Unter der Annahme,  $\tau_0(\varphi)$  sei konstant, ist die Größe  $(R/E_{\text{eff}})^{2/3}$  gemäß des Kurvenverlaufs anzupassen. Wenn  $E_{\text{eff}}$  als konstant angesehen wird, bedeutet dies, daß die am Kontakt beteiligte Fläche eine Funktion der Luftfeuchte sein muß:  $A_R = A_R(\varphi)$ . Die Zunahme der Kontaktfläche mit der Luftfeuchte setzt dabei ab ca. 15 % r.F. ein.
3. Aus der Abhängigkeit  $F_A(\varphi)$  und der Annahme  $A_R = A_R(\varphi)$  kann gefolgert werden, daß die Flächenzunahme auf die Adsorption von Wasser an den Oberflächen zurückzuführen ist, die zur Bildung von Kapillarbrücken führt. Die reale Kontaktfläche setzt sich demnach aus einem Flächenanteil aus den Kapillarkontakten  $A_{R, \text{KK}}(\varphi)$  und einem Anteil aus dem Festkörperkontakt  $A_{R, \text{FK}}$  zusammen. Der Festkörperkontaktanteil wird dabei näherungsweise als konstant angesehen. Für den Term  $(R/E_{\text{eff}})^{2/3}$  ist neben der Zunahme von  $R = R(\varphi)$  konsequenterweise auch eine Reduzierung von  $E_{\text{eff}} = E_{\text{eff}}(\varphi)$  anzusetzen.
4. Der ab ca. 35 % r.F. in den negativen Bereich abfallende Parameter  $C_1$  weist darauf hin, daß mit steigender Feuchte entweder der Scherwiderstand  $\tau$  mit zunehmender Flächenpressung verringert wird und/oder die Flächenpressung selbst durch eine Vergrößerung der realen Kontaktfläche abnimmt.

Unter den genannten Bedingungen kann zur Veranschaulichung der Reibung in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte folgendes Modell herangezogen werden:

Ausgegangen wird von zwei miteinander im Kontakt befindlichen Festkörperoberflächen (Grund- und Gegenkörper), die Mikrorauheiten mit einer mittleren Höhe  $\leq 3$  nm aufweisen. Vereinfachend erfolgt deren Darstellung durch eine Sinusfunktion. Mit steigender relativer Luftfeuchte nimmt das an den Oberflächen adsorbierte Wasservolumen entsprechend der im Bild 5.22 dargestellten Adsorptionsisothermen zu. Dabei werden aufgrund der Kapillarkondensation die Zwischenräume der Rauheiten mit Wasser aufgefüllt. Um die Bereiche der Festkörperkontaktstellen herum kommt es zur Ausbildung von Kapillarbrücken, deren Querschnittsfläche mit dem Bedeckungsgrad zunimmt. Ein Sättigungszustand wird mit vollständiger Auffüllung der Rauheitszwischenräume erreicht. Bei endlichen geometrischen Abmessungen der Gegenkörperoberfläche findet auch bei weiterer Erhöhung des Adsorptionsvolumens keine Kontaktflächenzunahme mehr statt. Die reale Kontaktfläche  $A_R$  ist damit näherungsweise gleich der konstanten geometrischen Kontaktfläche  $A_G$  und im weiteren unabhängig von  $\varphi$ . Ausgenommen davon ist der Umfang des Gegenkörpers, an dessen Rändern der Kapillarradius weiter anwächst. Mit zunehmendem Gegenkörperumfang wird dieser Beitrag jedoch vernachlässigbar.

Im **Bild 5.30** sind diese Verhältnisse graphisch dargestellt. Dabei wurde eine Unterteilung in vier Feuchtebereiche vorgenommen, die in etwa den aus der Darstellung der Abrißkraft  $F_A(\varphi)$  bzw.  $F_R(\varphi)$  zu entnehmenden Bereichen konstanter Abhängigkeit entsprechen. Die Bereichsübergänge sind fließend.



**Bild 5.30:** Modell zur Beschreibung der Zunahme der realen Kontaktfläche  $A_R(\varphi)$  durch die Kapillarbildung in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ :  
 a)  $\varphi < 5\%$ , b)  $\varphi \approx 5-25\%$ , c)  $\varphi \approx 25-60\%$ , d)  $\varphi > 60\%$ ,  
 e) Darstellung des feuchteabhängigen Flächenanteils an der Kontaktfläche.  
 (Die in der Grafik vereinfacht dargestellten Festkörperoberflächen weisen für das Silicium den im Bild 5.2, Kap. 5.1.1 gezeigten strukturellen Aufbau auf.)

Bei der Reibung zwischen den Siliciumoberflächen war somit ab einer Luftfeuchte von ca. 15 % von einer Mischreibung auszugehen, die mit steigender Luftfeuchte von der Zunahme der Kontaktfläche durch das adsorbierte Wasser aus der Umgebungsatmosphäre bestimmt wurde. Für den Fall der vollständigen Bedeckung war auch ein Zustand möglich, bei dem unter den im Kontakt herrschenden Druckverhältnissen Wasser in den Kontaktbereich gepreßt und der Festkörperkontakt herabgesetzt oder sogar ganz aufgehoben wurde. Der Gleitvorgang konnte dann primär auf oder zwischen Wasserschichten stattfinden. Die Abhängigkeit der Reibungskraft von der Auflagekraft sollte dabei sehr gering sein, was experimentell auch belegt wurde (vgl. Bild 5.24).

Der Scherwiderstand ergibt sich anteilig aus einem Scherwiderstand  $\tau_{FK}$  der Festkörperkontakte und einem Scherwiderstand  $\tau_{KK}$  der Kapillarkontakte. Unter der Voraussetzung  $\tau_{KK} < \tau_{FK}$  wird der resultierende Scherwiderstand mit zunehmender Adsorption durch den wachsenden Flächenanteil der Kapillarkontakte verringert. Mit dem jeweiligen relativen Flächenanteil  $\alpha_{FK}(\varphi) = (A_{R,FK} / A_R)$  der Festkörperkontaktfläche  $A_{R,FK}$  an der realen Kontaktfläche  $A_R$  kann der resultierende Scherwiderstand  $\tau$  näherungsweise mit

$$\tau = \alpha_{FK} \tau_{FK} + (1 - \alpha_{FK}) \tau_{KK} \quad (5.24)$$

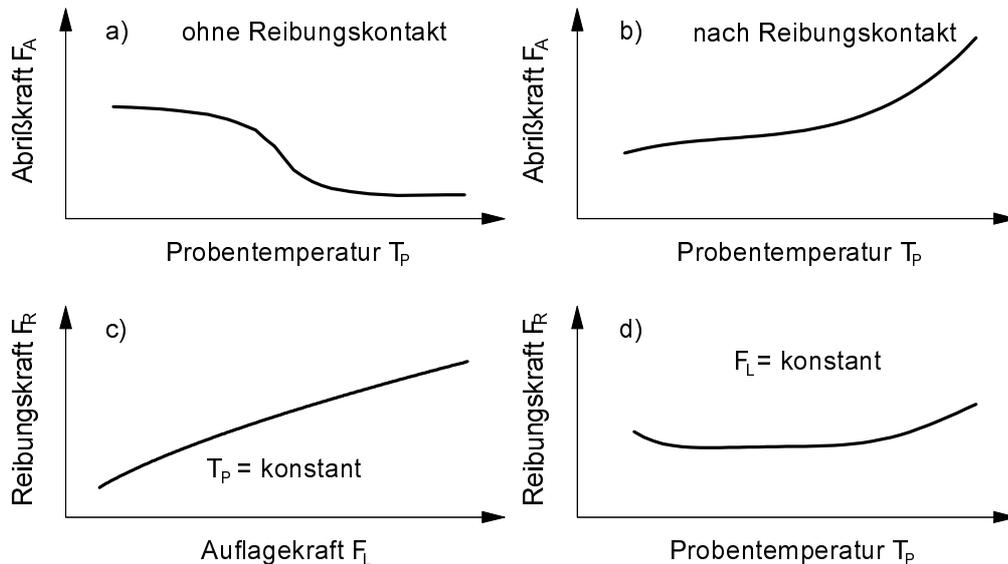
beschrieben werden [181].

Eine Abschätzung der Größenordnung des Scherwiderstandes  $\tau_{FK}$  des Festkörperkontaktes aus Gl. 5.22 erfolgte unter der Annahme, daß bei den Messungen mit  $\varphi < 1\%$  der Einfluß einer

Restbedeckung mit Wasser vernachlässigbar ist ( $\alpha_{FK} \approx 1$ ). Des weiteren wurde der Betrag der aus der JKR-Modell abgeleiteten Abrißkraft  $F_{A,JKR}$  (Gl. 5.19) gleich der Abrißkraft  $F_A$  ( $\varphi < 1\%$ ) gesetzt und mit Gl. 5.18 näherungsweise die Kontaktfläche  $A_R$  bestimmt. Den Berechnungen wurde eine Oberflächenenergie von  $\gamma_{SV, SiO_2} \approx 0,15-0,25 \text{ Jm}^{-2}$  [83, 186] und ein E-Modul von  $E_{SiO_2} \approx 70 \text{ GPa}$  [59] zu Grunde gelegt. Für den Scherwiderstand  $\tau_{0, SiO_2}$  ergaben sich Werte zwischen 0,5 und 0,8 GPa. Der gleiche Ansatz wurde auch für  $\varphi = 70\%$  verwendet. Unter der Annahme, daß hierbei der Scherwiderstand primär durch den feuchteabhängigen Kapillaranteil bestimmt war ( $\alpha_{FK} \rightarrow 0$ ), ergaben sich für  $\tau_{0, H_2O}$  mit  $\gamma_{L, H_2O} \approx 0,073 \text{ Jm}^{-2}$  [187] und  $E_{H_2O} \approx 2 \text{ GPa}$  [187] Werte zwischen  $\tau_{0, H_2O} \approx 0,07$  und 0,1 GPa.

Mit dem gezeigten Modell kann das in den experimentellen Untersuchungen zur Reibung zwischen Silicium und Silicium beobachtete Verhalten in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte und der Auflagekraft qualitativ verstanden werden.

Der **Einfluß der Temperatur** auf die Reibungs- und Abrißkraft wurde bei Proben temperaturen von bis zu  $T_p = 200^\circ\text{C}$  untersucht. Die dabei beobachteten Abhängigkeiten sind schematisch im **Bild 5.31** dargestellt.



**Bild 5.31:** Qualitative Abhängigkeiten der Abriß- und Reibungskraft zwischen Silicium und Silicium unter Variation der Proben temperatur  $T_p$ : a) statische Abrißkraft  $F_A$  ohne vorhergehenden und b) nach einem Reibungskontakt in Abhängigkeit von der Proben temperatur  $T_p$ , c) Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei konstanter Proben temperatur  $T_p$ , d) Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der Proben temperatur  $T_p$  bei konstanter Auflagekraft  $F_L$ .

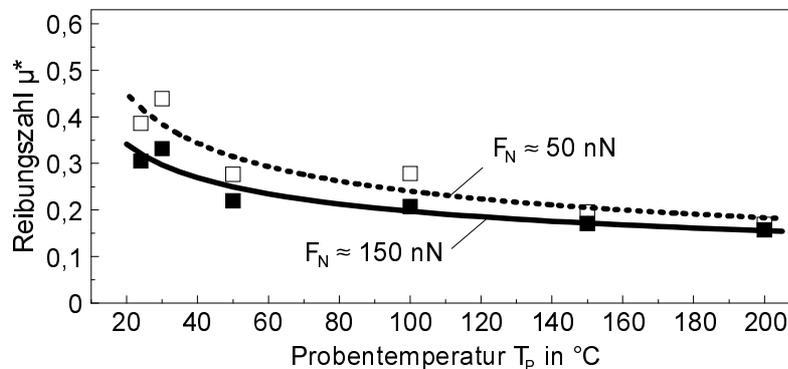
Bei der Messung der statischen Abrißkraft  $F_A(T_p)$  ohne vorhergehende Beanspruchung durch einen Reibungskontakt (Bild 5.31a) war ab einer Temperatur von  $T_p > 100^\circ\text{C}$  eine deutliche Abnahme der Abrißkraft mit steigender Temperatur zu verzeichnen (vgl. Bild 4.24, Kap. 4.1.4.4). Dieses Verhalten kann mit einer temperaturbedingten Desorption von Oberflächenwasser und/oder mit der Herabsetzung der Oberflächenspannung durch die Temperaturerhöhung erklärt werden [13]. Der Verlust von Wasser und die verminderte Oberflächenspannung haben dabei eine Reduzierung des zwischen Spitze und Probe eingeschlossenen

Adsorptionsvolumens und damit der Kapillarkraft bzw. der realen Kontaktfläche zur Folge und konnten so zu einer verminderten Abrißkraft führen.

Ein dazu konträres Verhalten wurde im Zusammenhang mit der Beanspruchung durch einen Reibungskontakt beobachtet (Bild 5.31b). Mit steigender Proben­temperatur nahm die Abrißkraft näherungsweise in quadratischer Abhängigkeit zu (vgl. Bild 4.23d, Kap. 4.1.4.4). Möglicherweise hatte durch die Kontaktbeanspruchung in Verbindung mit der temperaturbeding­ten Desorption des Wassers ein Wechsel des Oberflächencharakters des Siliciumdioxids von hydrophil zu hydrophob stattgefunden. Nach [188] setzt eine Dehydroxylation ab etwa 170°C ein. Die damit verbundene Zunahme der Oberflächenenergie [109] kann als Erklärung für die Zunahme der Abrißkraft bei höheren Proben­temperaturen dienen.

Bei den Reibungsmessungen war festzustellen, daß die Reibungskraft unabhängig von der Temperatur mit steigender Auflagekraft zunahm und qualitativ die gleiche Abhängigkeit wie bei den Messungen bei Raumtemperatur zu beobachten war (Bild 5.31c). Bei konstanter Auflagekraft (Bild 5.31d) stieg die Reibungskraft bei  $T_p = 30^\circ\text{C}$  gegenüber den Messungen bei Raumtemperatur um 3-5 nN an und fiel anschließend mit steigender Temperatur bis  $T_p = 50^\circ\text{C}$  um etwa 10 nN ab. Für Temperaturen von 50-150°C blieb die Reibungskraft dann auf konstantem Niveau und nahm mit weiterer Temperaturerhöhung bis auf  $T_p = 200^\circ\text{C}$  um durchschnittlich 10 nN zu (vgl. Bild 4.23a-c, Kap. 4.1.4.4).

Für Messungen, bei denen eine dynamische Abrißkraft bestimmt wurde, erfolgte die Berechnung einer Reibungszahl  $\mu^*$  gemäß Gl. 5.15. Die ermittelten Reibungszahlen  $\mu^*(T_p)$  sind im **Bild 5.32** für  $F_N \approx 50$  nN bzw.  $F_N \approx 150$  nN graphisch dargestellt.



**Bild 5.32:** Reibungszahl  $\mu^*$  für Silicium gegen Silicium in Abhängigkeit von der Proben­temperatur  $T_p$  bei einer Normalkraft von  $F_N \approx 50$  nN bzw.  $F_N \approx 150$  nN.

Für eine konstante Normalkraft war dabei eine Abnahme der Reibungszahl  $\mu^*$  mit steigender Proben­temperatur festzustellen. Dies wurde auf die zunehmende Abrißkraft und damit auf eine erhöhte Normalkraftkomponente im Kontakt zurückgeführt.

### Oberflächenveränderungen durch den Reibungskontakt

Anhand von Reibungskontrastaufnahmen wurde eine Zunahme der Reibungskraft auf Proben­bereichen festgestellt, die durch mehrfache Übergleitung beansprucht wurden (vgl. Kap. 4.1.5). Diese Bereiche waren auch noch nach längerer Zeit und unter höheren Temperaturen bis 200°C nachzuweisen. Vermutet wird hier, daß eine Glättung atomarer Rauheiten durch die Kontaktbeanspruchung stattfand. Eine durch die Reibungsbeanspruchung hervor­ge-

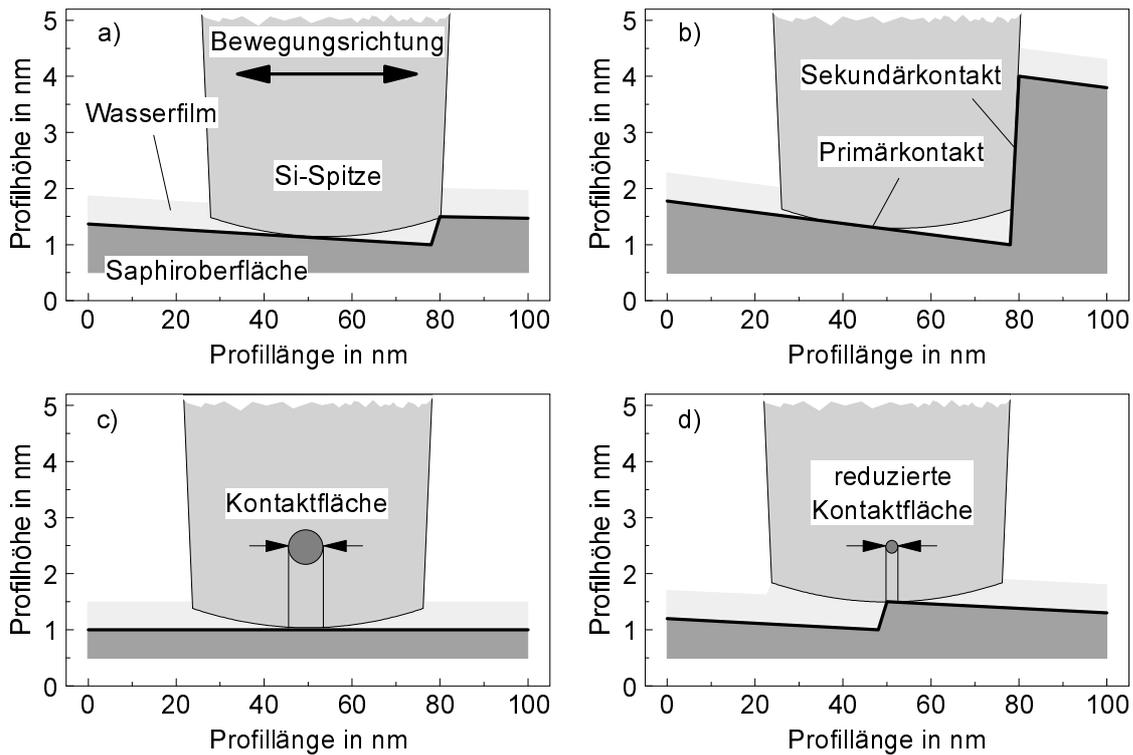
rufene Änderung der Oberflächentopographie konnte an den Siliciumproben in keiner Messung nachgewiesen werden. Das schließt jedoch lokale Veränderungen nicht aus, die topographisch aufgrund der Auflösungsbegrenzung durch die Spitzenendgeometrie nicht nachgewiesen werden konnten. Für den Reibungskontakt würde das eine Zunahme der realen Kontaktfläche bedeuten und somit zu einer Erhöhung der Reibungskraft führen. Der dazu notwendige Glättungsprozeß kann ab einer gewissen Grenze als abgeschlossen angesehen werden und eine weitere Kontaktflächenzunahme wird nicht mehr stattfinden. Dafür sprechen die im Kap. 4.1.5 dargestellten Ergebnisse, wonach die Zunahme der Reibungskraft auf vorbeanspruchten Oberflächenbereichen maximal bei 40-50 % gegenüber den unbeanspruchten Bereichen lag und nicht weiter erhöht werden konnte.

## 5.5 Reibungs- und Kontaktwechselwirkungen zwischen Saphir und Silicium

Der **Einfluß der Topographie** auf die Reibungskraft wurde an den drei Saphiroberflächen C-, A- und R-Plane untersucht. Aus den in der Ergebnisdarstellung (Bild 4.35, Kap. 4.2.4.1) gezeigten Reibungskontrastaufnahmen ging hervor, daß die topographische Oberflächenstruktur der einzelnen Probenorientierungen unterschiedliche Auswirkungen auf die Reibungskraft im Bereich der Topographiestufen hatte. Aus lokalen Topographiesteigungen resultierende Reibungskraftänderungen wie sie bei den Siliciumoberflächen beobachtet wurden, waren bei den Saphiroberflächen auszuschließen, da Rauheiten auf den ebenen Probenbereichen nicht vorhanden waren. Zur Erläuterung sind die relevanten Struktureinflüsse im **Bild 5.33** schematisch abgebildet. Dabei wurde von den im Bild 5.4 gezeigten Modelltopographien für die C- und A-Plane-Oberflächen ausgegangen und angenommen, daß die Oberflächen mit einem Wasserfilm von mindestens 0,5 nm Dicke bedeckt waren, der aus einer Adsorption an den Oberflächen resultierte (vgl. auch Bild 5.5, Kap. 5.1.2). Für die Siliciumspitze wurde eine Breite von 50 nm und ein Spitzenendradius von 1000 nm angesetzt. In der Graphik werden die Höhen gegenüber den Breiten mit einem Faktor 14 vergrößert dargestellt.

Für die A-Plane-Oberfläche wurde festgestellt, daß die Reibungskraft an den Stufen niedriger war als auf den ebenen Bereichen. Hierbei ist anzunehmen, daß aufgrund der geringen Stufenhöhe von ca. 0,5 nm der Wasserfilm, dessen angenommene Dicke mindestens im Bereich der mittleren Stufenhöhe lag, die Oberfläche vollständig bedeckt. Die Gleitbewegung der Spitze erfolgte demnach immer im Wasserfilm (Bild 5.33a). Bei Übergleitung einer Topographiestufe würde dies zum einen zu einer verminderten Kapillarkraft durch die Vergrößerung des mittleren Abstandes der Oberflächen innerhalb des Wasserfilms führen [168] (vgl. Bild 5.17), zum anderen ist anzunehmen, daß gleichzeitig die Kontaktfläche herabgesetzt wurde. Beide Faktoren hätten damit, wie gezeigt, eine Reduzierung der Reibungskraft beim Übergleiten einer Stufe zur Folge.

Für die R-Plane-Oberfläche kann angenommen werden, daß sich aufgrund der höheren Flächendichte der Topographiestufen die Spitzenoberfläche im Mittel immer auf einer Stufe befand und somit ein Reibungskontrast an einer diskreten Struktur wie bei der A-Plane-Oberfläche nicht abgebildet wurde.



**Bild 5.33:** Schematische Darstellung topographisch bedingter Einflußfaktoren auf die Kontaktwechselwirkungen an den Saphiroberflächen:  
 a) Saphir-(A-Plane)-Oberfläche, b) Saphir-(C-Plane)-Oberfläche,  
 c) Flächenkontakt, d) reduzierte Kontaktfläche an einer Topographiestufe.

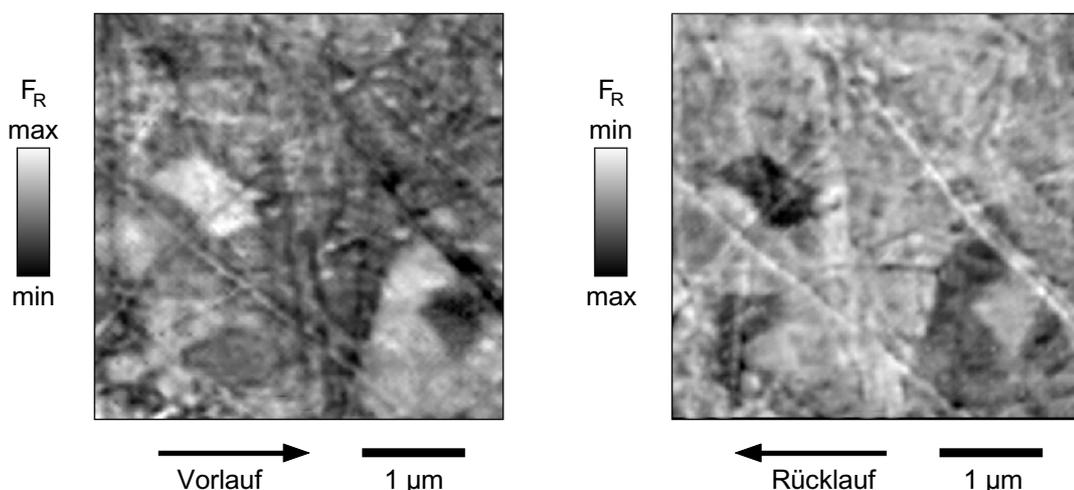
Bei den C-Plane-Oberflächen wurde bei der Bewegung in der einen Richtung eine Zunahme der Reibungskraft beobachtet, während nach der Richtungsumkehr an gleicher Stelle deren Abnahme zu verzeichnen war. Bei genauerer Betrachtung ist dieses Verhalten jedoch nicht auf die Änderung der Reibungskraft selbst zurückzuführen. Im Fall der Annäherung an eine Stufe (im Bild 5.33b von links nach rechts) ist anzunehmen, daß es im Abstand von einigen Nanometern zu einem Sekundärkontakt zwischen dem Schaft der Spitze und der Saphiroberfläche kam. Dabei wird die Spitze von einer an dieser Stelle zusätzlich auftretenden Kapillarkraft zur Stufe hin gezogen. Die Richtung der zugehörigen Kraft ist der Reibungskraft entgegengesetzt, so daß die resultierende Meßkraft reduziert wurde. Bei der Bewegung der Spitze in umgekehrter Richtung (im Bild 5.33b von rechts nach links), d.h. weg von der Stufe muß der Sekundärkontakt wieder getrennt werden. Die dazu notwendige Abrißkraft wird dabei zu einer erhöhten Meßkraft führen, die sich als scheinbare Zunahme der Reibungskraft äußert. Prinzipiell ist mit dem Auftreten dieses Effekts an jeder Struktur zu rechnen, also auch an den Stufen der A-Plane-Oberfläche. Er wird aber primär durch die Stufenhöhe bestimmt, wie aus dem Vergleich von Bild 5.33a und Bild 5.33b hervorgeht.

Im Vergleich zu den Siliciumoberflächen, bei denen im Mittel bezüglich der Oberflächentopographie von einer konstanten Kontaktfläche ausgegangen werden konnte, muß bei den Saphiroberflächen mit einer drastischen Reduzierung der Kontaktfläche beim Übergleiten einer Topographiestufe gerechnet werden (Bild 5.33c und d). Damit verbunden wäre eine Zunahme der mittleren Flächenpressung, die aus dem Übergang von einem Flächenkontakt in einen Linien- oder näherungsweise in einen Punktkontakt resultiert. Letzteres kann auch als

eine mögliche Ursache für den verstärkt bei den Messungen an den Saphir-Proben beobachteten Verschleiß der Siliciumspitzen angesehen werden. An den Oberflächen der Spitzen waren dadurch lokal sehr hohe mechanischen Spannungen möglich, die in Verbindung mit chemischen Reaktionen durch das adsorbierte Wasser bzw. die gebundenen OH-Gruppen die Bedingungen für eine sog. Spannungsrißkorrosion ergeben konnten [92, 189, 190].

Ein **Einfluß der Oberflächenorientierung** auf die Reibungs- und Abrißkraft konnte an den Saphirproben nicht nachgewiesen werden. Bei vergleichenden Messungen wurden zwar Unterschiede im Niveau der Reibungskraft zwischen den C-, A- und R-Plane-Oberflächen untereinander festgestellt, eine Zuordnung im Sinne einer reproduzierbaren Rangfolge war dennoch nicht möglich. Nach [87] sollten die einzelnen Oberflächenorientierungen geringe Differenzen in ihren Oberflächenenergien aufweisen, die jedoch durch die Adsorption von Wasser aus der Umgebungsatmosphäre in jedem Fall stark herabgesetzt werden [191]. Es ist deshalb anzunehmen, daß dadurch kein signifikanter Unterschied in den Oberflächenenergien mehr feststellbar war und die Reibungs- und Adhäsionseigenschaften nur noch vom Adsorptionsfilm bzw. einer daraus resultierenden Reaktionsschicht bestimmt wurden.

In weiteren Meßreihen, die nicht in direktem Zusammenhang mit der vorliegenden Arbeit standen, wurde versucht, den Einfluß des vermuteten Adsorptionsfilms herabzusetzen, um damit eine Differenzierung zwischen einzelnen Oberflächenorientierungen zu ermöglichen. Dazu sind Reibungsmessungen an einer polierten polykristallinen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik unter Variation der Proben temperatur  $T_P$  durchgeführt worden. Mit zunehmender Temperatur wurde hierbei eine Verbesserung der topographischen Abbildungsqualität festgestellt, wobei feinere Details der Oberflächenstruktur mit höherer Ortsauflösung dargestellt werden konnten. Bei Raumtemperatur wurde auf den untersuchten Probenbereichen eine homogene Gleichverteilung der Reibungskraft registriert. Für Temperaturen von  $T_P > 100^\circ\text{C}$  traten dann auf scharf begrenzten Flächen Unterschiede im Reibungscontrast hervor. Die Größe von Flächen konstanter Reibungskraft korrespondierte dabei mit der mittleren Korngröße der polykristallinen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik, die bei  $0,8\ \mu\text{m}$  lag. Das **Bild 5.34** zeigt ein bei einer Temperatur von  $T_P = 200^\circ\text{C}$  aufgenommenes Reibungscontrastbild im Vor- und Rücklauf.



**Bild 5.34:** Reibungscontrast auf einer polykristallinen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Oberfläche bei einer Proben temperatur von  $T_P = 200^\circ\text{C}$ .

An der Oberfläche des polykristallinen Materials lagen kristallographisch verschieden orientierte  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Oberflächen in statistischer Verteilung vor. Es wird angenommen, daß infolge der erhöhten Proben temperatur und einem orientierungsabhängigen Adsorptions-/Desorptionsverhalten eine Verminderung des Wasseranteils an den Oberflächen hervor gerufen wurde und deshalb meßbare Unterschiede in der Reibung zwischen bestimmten Orientierungen nachweisbar waren. Die relative Änderung der Reibungskraft war dabei sehr klein und lag im Mittel unter einem Prozent. Topographische Einflüsse konnten als Ursache für den beobachteten Flächenkontrast ausgeschlossen werden. Eine Zuordnung der Reibungskraftänderung zu einer definierten Kristallorientierung war nicht möglich.

Anhand der im Kapitel 4.2.5 dargestellten Ergebnisse zu **Oberflächenveränderungen** durch den Reibungskontakt ist zu vermuten, daß in der ersten Atomlage in Verbindung mit den daran gebundenen OH-Gruppen und dem Wasserfilm ein Materialabtrag in atomarer Dimension an den Saphiroberflächen stattfand. Als Indiz dafür konnten die beobachteten Materialablagerungen an den Rändern eines Rasterfeldes gewertet werden (vgl. Bild 4.46, Kap. 4.2.5). Wie aus den zugehörigen Reibungskontrastaufnahmen deutlich wurde, war auf diesen Ablagerungen die Reibungskraft vermindert, während im Bereich der vorher beanspruchten Fläche eine höhere Reibungskraft gegenüber den unbeanspruchten Oberflächenbereichen festgestellt wurde. Das ließ den Schluß zu, daß eine dünne Oberflächenschicht mit reibungsmindernden Eigenschaften die Saphiroberflächen bedeckte. Aus den RKM-Messungen im 'Contact Mode' konnten jedoch keine Aussagen zur Schichtdicke abgeleitet werden, da nicht bekannt ist, ob die Oberfläche durch die Beanspruchung im Verlauf einer Messung weiteren Veränderungen unterlag. Zwar wurde bei entsprechenden Untersuchungen mit möglichst geringer Auflagekraft gearbeitet, trotzdem bleibt eine Normalkraftkomponente aus der Adhäsionswechselwirkung, die nicht vollständig kompensiert werden kann. Offensichtlich fand aber ein Verschleiß durch die Beanspruchung im Reibungskontakt mit der Siliciumspitze an dieser Schicht statt. Denkbar ist hierbei auch ein chemisch aktivierter Abtrag einzelner Atome aus der Saphiroberfläche durch eine Reaktion mit dem Siliciumdioxid der Spitzenoberfläche und dem adsorbierten Wasser in der Form



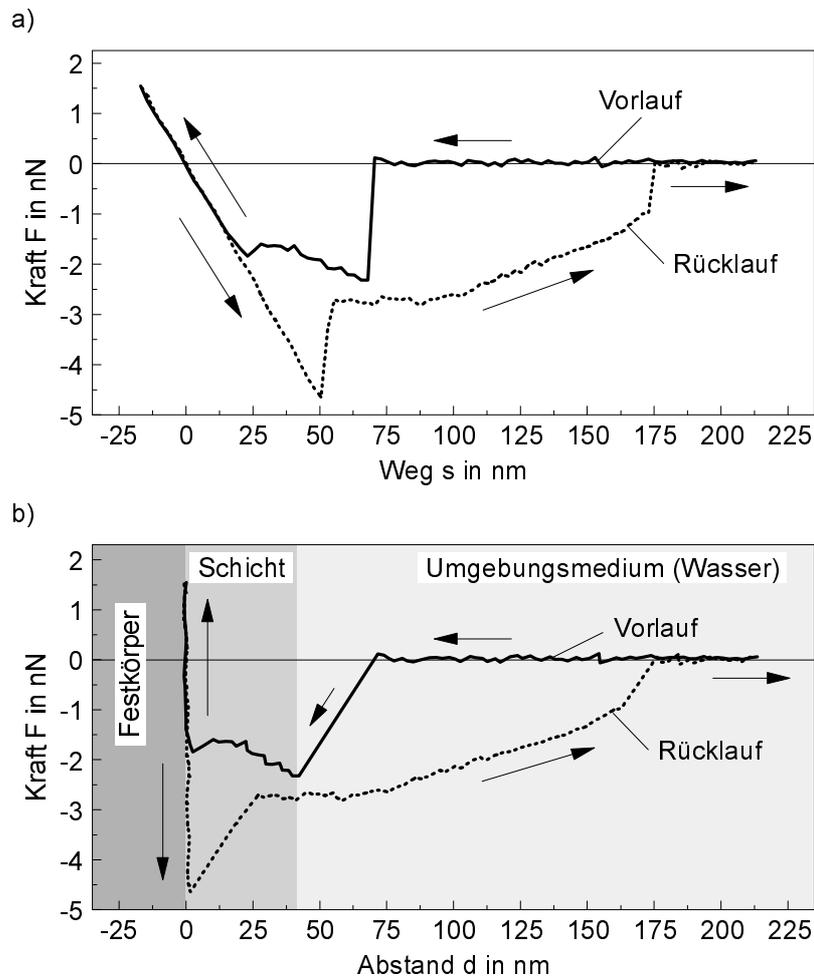
wobei unter hydrothermalen Bedingungen als stabiles Reaktionsprodukt eine Alumo-Silicat-Verbindung entsteht, deren Struktur dem natürlichen Kaolin verwandt ist [192] oder auch als binäre  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{SiO}_2$ -Glasstruktur vorliegen kann [193]<sup>†</sup>. Es wird vermutet, daß die nach den Messungen am Saphir beobachteten Materialablagerungen an den Siliciumspitzen (vgl. Bild 4.31, Kap. 4.2.2) aus ähnlichen Verbindungen zusammengesetzt waren.

Im Ergebnis der Untersuchungen zum Verhalten unter direkter **Einwirkung von Wasser** (Kap 4.2.6) zeigten die Saphiroberflächen eine hohe Reaktionsbereitschaft, die sich in der Bildung einer gelartigen Reaktionsschicht äußerte. Das **Bild 5.35a** zeigt ergänzend eine an einer Saphir-A-Plane-Oberfläche unter deionisiertem Wasser aufgenommene Kraft-Weg-Kurve. In der Vorlaufkurve wurde ein erster Einsprung bei  $s \approx 65 \text{ nm}$  registriert, dem bei  $s \approx 25 \text{ nm}$  ein zweiter Einsprung folgte. Aus dem im weiteren linearen Kurvenverlauf  $F(s)$

---

<sup>†</sup> Diese Reaktion wird technisch zur Herstellung atomar glatter Saphiroberflächen durch Polieren mit  $\text{SiO}_2$ -Suspensionen angewandt.

wurde geschlossen, daß mit dem zweiten Einsprung der Kontakt mit der festen Oberfläche stattfand. Dieses Verhalten war auch anhand der Rücklaufkurve festzustellen. Der erste Abriß aus dem Kontakt fand bei  $s \approx 50$  nm und mit einer Kraft von ca. 4,8 nN statt und spiegelt die Loslösung von der festen Oberfläche wider. Aufgrund der weiterhin beobachteten Kraftwechselwirkung wurde davon ausgegangen, daß die Spitze aber immer noch im Kontakt mit der erweichten Oberflächenreaktionsschicht verblieb. Der zweite Abriß, der mit der vollständigen Trennung aus dem Kontakt einher ging, erfolgte bei einem Weg von  $s \approx 175$  nm.



**Bild 5.35:** Kraft-Weg-Messung an einer Saphir-(A-Plane)-Oberfläche unter deionisiertem Wasser als Umgebungsmedium:  
 a) Kraft-Weg-Kurve und b) aus a) abgeleitete Kraft-Abstands-Kurve.

Zur Abschätzung der Reaktionsschichtdicke wurden die F-s-Kurven in Form von Kraft-Abstands-Kurven (F-d-Kurven) dargestellt. Der Abstand  $d$  kennzeichnet dabei die Distanz  $d_{SP}$  zwischen den Oberflächen von Spitze und Probe unter Berücksichtigung der Cantileverauslenkung. Im **Bild 5.35b** ist die aus der im Bild 5.35a gezeigten F-s-Kurve abgeleitete F-d-Kurve dargestellt. Die unterschiedlichen Wechselwirkungsbereiche werden durch verschiedene Graustufen markiert. Anhand solcher F-d-Kurven wurden für die Dicke der erweichten Oberflächenreaktionsschicht Werte zwischen 15 und 50 nm ermittelt.

Oxidische Silicium- und Saphiroberflächen weisen in wäßrigen Lösungen bei einem pH-Wert des Elektrolyten unterhalb des materialspezifischen isoelektrischen Punktes (IEP) einen Über-

schoß an  $\text{H}_3\text{O}^+$ -Ionen und damit eine positiv geladene Oberfläche auf. Bei einem höheren pH-Wert als dem IEP ist dagegen eine negative Oberflächenladung aufgrund der überwiegenden Anzahl von  $\text{OH}^-$ -Ionen zu erwarten [108]. Aus dem zu  $\text{pH}_{\text{H}_2\text{O}} \approx 5,5$  bestimmten pH-Wert des Wassers war dementsprechend für die  $\text{SiO}_2$ -Oberfläche ( $\text{IEP}_{\text{SiO}_2} \approx 2$ ) der Siliciumspitze von einer negativen Oberflächenladung und für die Saphir-Oberfläche ( $\text{IEP}_{\text{Al}_2\text{O}_3} \approx 9$ ) von einer positiven Ladung auszugehen. Die entgegengesetzt geladenen Oberflächen von Spitze und Probe konnten somit zu einer langreichweitigen attraktiven Kraftwechselwirkung beitragen, die als mögliche Ursache für den bereits in einem Abstand von ca. 65 nm zur Festkörperoberfläche registrierten Einsprung bei der Messung der Kraft-Weg-Kurven anzusehen war [194, 195]. Dem anschließenden Eindringen der Spitze in die Reaktionsschicht wurde eine durch die Nachgiebigkeit der Schicht bedingte Kraft entgegengesetzt, die vermutlich auch vom dynamischen Fließverhalten innerhalb der Schicht mitbestimmt wurde. Außerdem ist die Bildung einer elektrochemischen Doppelschicht wahrscheinlich, die an der Grenzfläche Saphir-Festkörper/Schicht ein abstoßendes Potential zur Folge hätte [94, 196]. Das in den Kraft-Weg-Messungen beobachtete Abrißverhalten konnte mit der Ausbildung einer Kapillarbrücke verglichen werden (vgl. Bild 5.17, Bild 5.19), wobei hierbei anzunehmen war, daß es sich um eine Materialbrücke aus dem Material der Oberflächenreaktionsschicht handelte.

An feuchter Luft werden in Zusammenhang mit einem adsorbierten Wasserfilm ähnliche Oberflächenreaktionen erwartet, allerdings mit deutlich geringerer Intensität. Chemisch gesehen ist trotz der geringen Wasserlöslichkeit des  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  die Bildung von stabilen Aluminiumhydroxiden an den Oberflächen möglich [85, 197-199]. Ob ein solcher Prozeß bei den RKM-Messungen durch tribochemische Reaktionen im Reibungskontakt mit den Siliciumspitzen ausgelöst oder gefördert wurde, konnte nicht geklärt werden.

Die Annahme einer 'weichen' Reaktionsschicht auf den Saphiroberflächen, die sich durch den Einfluß des adsorbierten Wassers aus der Umgebungsatmosphäre bildet, ist auch durch Untersuchungen aus der Literatur gerechtfertigt. In [200] wird z.B. angesichts von Nanohärtemessungen an Saphir-Einkristalloberflächen von einem ca. 4-6 nm dicken Oberflächenbereich berichtet, der durch den Einfluß chemisorbierten Wassers erweicht wurde [201, 202]. Anhand der dargestellten Eindruckversuche wird gezeigt, daß diese als 'Soft Layer' bezeichnete Schicht bereits bei Auflagekräften deutlich unter 0,1 mN vom Indenter (Radius  $\approx 100$  nm) durchdrungen wurde. Bei Vergleichsmessungen an  $\text{SiO}_2$ -Oberflächen war eine solche Schicht nicht nachweisbar [200].

In Anbetracht der festgestellten Veränderungen an den Saphiroberflächen im Reibungskontakt und der beobachteten Materialsichten an den Siliciumspitzen<sup>†</sup> sowie unter Berücksichtigung der gezeigten Oberflächenreaktionen bei direkter Einwirkung von Wasser wird im weiteren davon ausgegangen, daß sich auf den Saphiroberflächen eine aus Aluminiumhydroxidverbindungen und Wassermolekülen zusammengesetzte Reaktionsschicht befand. Im Kontakt mit der Siliciumdioxidoberfläche der Spitze konnten sich Alumo-Silicat-Verbindungen bilden und ein Materialübertrag von der Reaktionsschicht auf die Oberfläche der Spitze war möglich. Der Kontakt hätte damit primär zwischen chemisch ähnlich aufgebauten Schichten stattgefunden und nicht direkt mit den Festkörperoberflächen von Siliciumspitze und Saphirprobe.

---

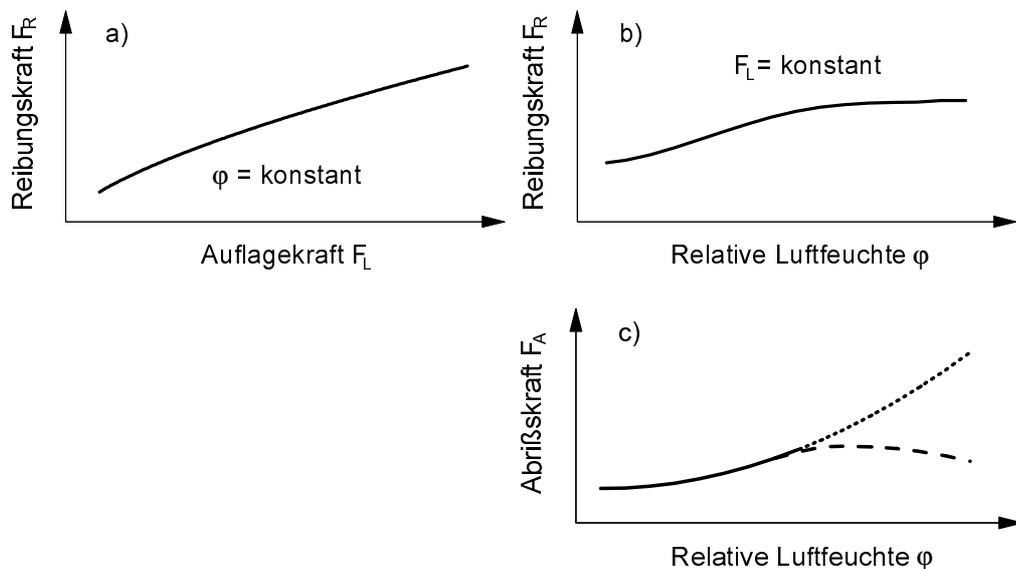
<sup>†</sup> vgl. Kapitel 4.2.2: 'Siliciumspitzen im Reibungskontakt mit Saphir'

Zusammenfassend wird für die Interpretation der Reibungs- und Abrißkraftmessungen das im **Bild 5.36** dargestellte **Schichtmodell** für den Kontakt zwischen Saphir und Silicium angenommen. Unter realen Bedingungen werden die gezeigten Grenzflächen dabei durch unscharfe Übergänge gekennzeichnet sein.



**Bild 5.36:** Schematische Darstellung der angenommenen Kontaktbedingungen bei den Reibungs- und Abrißkraftmessungen zwischen Saphir und Silicium.

Aus den Reibungs- und Abrißkraftmessungen, die unter Variation der **Auflagekraft  $F_L$**  bzw. der **relativen Luftfeuchte  $\varphi$**  durchgeführt wurden, waren die im **Bild 5.37** qualitativ dargestellten Abhängigkeiten festzustellen:



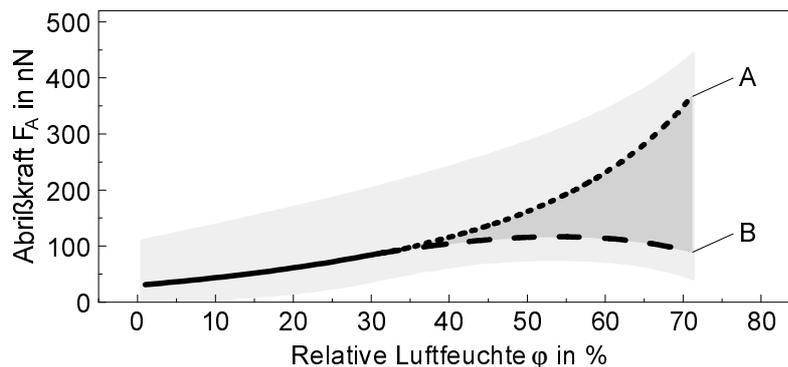
**Bild 5.37:** Qualitative Abhängigkeiten der Reibungs- und Abrißkraft zwischen Saphir und Silicium: a) Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei konstanter relativer Luftfeuchte  $\varphi$ , b) Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  bei konstanter Auflagekraft  $F_L$ , c) statische Abrißkraft  $F_A$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ .

Mit steigender Auflagekraft nahm die Reibungskraft bei konstanter relativer Luftfeuchte zu. Für eine konstante Auflagekraft wurde mit steigender relativer Luftfeuchte ebenfalls ein Anstieg der Reibungskraft ermittelt, wobei für  $\varphi > 30-50\%$  der Zuwachs zum Teil stagnierte und die Reibungskraft nahezu konstant war. Anhand der Kraft-Weg-Messungen wurde bis zu einer relativen Luftfeuchte von ca. 30-50 % immer eine Zunahme der statischen Abrißkraft

mit steigender Feuchte festgestellt. Für  $\varphi > 50\%$  war die Tendenz uneinheitlich. Zum Teil war ein weiterer Anstieg der Abrißkraft zu verzeichnen, in anderen Meßreihen wurde eine Abnahme mit steigender Luftfeuchte ermittelt. Eine bestimmte Änderung zwischen der statischen Abrißkraft vor und nach einer Reibungsbeanspruchung war nicht nachzuweisen.

### Abrißkraft zwischen Saphir und Silicium

Das **Bild 5.38** zeigt die statische Abrißkraft  $F_A$  zwischen Saphir und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ . Die insgesamt beobachteten Meßwertstreuungen werden in der Grafik durch den grau unterlegten Bereich markiert. Die eingezeichneten Kurven kennzeichnen die im Mittel registrierte Abhängigkeit  $F_A(\varphi)$ .



**Bild 5.38:** Statische Abrißkraft  $F_A$  zwischen Saphir und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ .

Die Kurve 'A' im Bild 5.38 folgt dabei näherungsweise einer Proportionalität  $F_A(\varphi) \sim \varphi^2$  und ließ (analog zu den Ergebnissen der Abrißkraftmessungen zwischen Silicium und Silicium) auf eine Zunahme der Kapillarwechselwirkung aufgrund des mit steigender relativer Luftfeuchte zunehmenden, zwischen Spitze und Probe eingeschlossenen Adsorptionsvolumens schließen (vgl. Gl. 5.9 bzw. 5.10). Die für hohe Luftfeuchten ebenfalls beobachtete Abnahme der statischen Abrißkraft (Kurve 'B' im Bild 5.38) deutete darauf hin, daß neben einer Abhängigkeit vom Adsorptionsvolumen auch Eigenschaften der Oberflächenschicht an der Spitze und/oder der Probe wie z.B. deren Viskosität oder der Haftung untereinander eine Rolle spielten. So ist denkbar, daß die abnehmende Abrißkraft mit einem steigenden Anteil an in der Schicht gelöstem Wasser erklärt werden kann. Dabei wird die Haftfestigkeit im Kontakt herabgesetzt und es kann von einer Verringerung der Viskosität ausgegangen werden, die die Abrißkraft mindert.

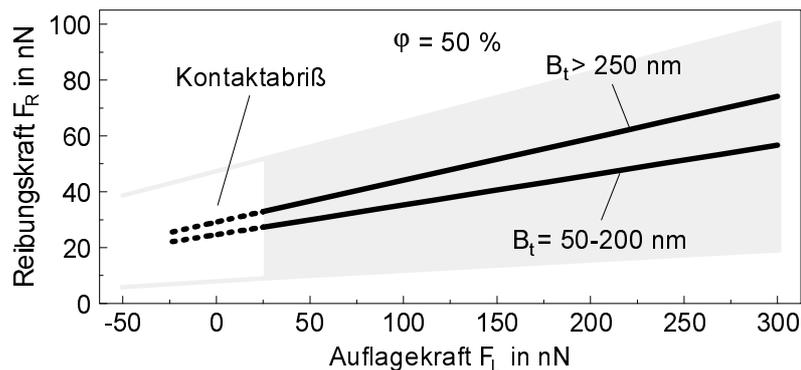
Während die Messungen an den Siliciumoberflächen als gut reproduzierbar eingeschätzt werden konnten, waren bei den Messungen am Saphir erhebliche Meßwertstreuungen zu verzeichnen, obwohl die vorzugebenden Versuchsbedingungen konstant gehalten wurden. Festzuhalten ist, daß über eine nicht näher festzulegende Zeitspanne oder einer Reibungsbeanspruchung hinweg die Abrißkraft auf einem nahezu konstantem Niveau mit geringen Meßwertstreuungen verbleiben konnte. Eine Abhängigkeit der statischen Abrißkraft von der während der Messung maximal aufgebrauchten Auflagekraft  $F_{L, \max}$  war dabei nicht festzustellen. Andererseits war vor allem bei Luftfeuchten von  $\varphi > 30\%$  zu beobachten, daß sich das Niveau der Abrißkraft ohne klar erkennbare Ursache spontan änderte und dann wiederum konstant blieb.

Dieses Verhalten zeigte sich qualitativ bei allen durchgeführten Meßreihen und war unabhängig von der jeweils verwendeten Siliciumspitze bzw. deren Endbreite. Offenbar konnte es leicht zu spontan ablaufenden Veränderungen im Kontakt zwischen den Siliciumspitzen und den Saphirproben kommen. Ein definiertes Kriterium für die beobachteten Wechsel im Niveau der Abrißkraft konnte jedoch nicht gefunden werden.

Prinzipiell erfolgten die RKM-Messungen auch unter der Vorstellung, daß zumindest partiell ein Kontakt zwischen festen Oberflächen vorlag. Im Gegensatz zum Kontakt zwischen Silicium und Silicium war dies unter der Annahme einer Zwischenschicht nicht mehr gegeben. Vielmehr mußte davon ausgegangen werden, daß durch die Schichten keine stabilen Bedingungen im Kontakt bestanden. Eine meßtechnische Kontrolle der Ausbildung von Reaktionsschichten insbesondere an der Spitzenoberfläche war nicht gegeben, so daß deren Einstellung als nicht reproduzierbar zu bewerten war. Ebenso war es nicht möglich, anhand der Messungen im 'Contact Mode' Aussagen z.B. zur Dicke der Schicht(en) oder deren elastisch-plastischen Eigenschaften zu treffen, die als Einflußfaktoren auf das Reibungs- und Abrißverhalten anzusehen waren. Vor diesem Hintergrund sind auch die Reibungskraftmessungen zu betrachten.

### Reibungskraft zwischen Saphir und Silicium

Der Einfluß der relativen Luftfeuchte  $\phi$  auf die Reibungskraft zwischen Saphir und Silicium ist für  $\phi < 1\%$  bis  $\phi = 70\%$  untersucht worden. Die Variation der Auflagekraft  $F_L$  wurde bis ca. 300 nN durchgeführt. Das **Bild 5.39** zeigt hierzu die Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei einer relativen Luftfeuchte von  $\phi = 50\%$ . Dargestellt werden die Mittelwerte von Messungen, die mit Spitzen einer Endbreite  $B_t = 50\text{-}200\text{ nm}$  und  $B_t > 250\text{ nm}$  bestimmt wurden. Die bei den Messungen mit  $B_t = 50\text{-}200\text{ nm}$  registrierten Meßwertstreuungen werden im Bild 5.39 durch den grau unterlegten Bereich gekennzeichnet.

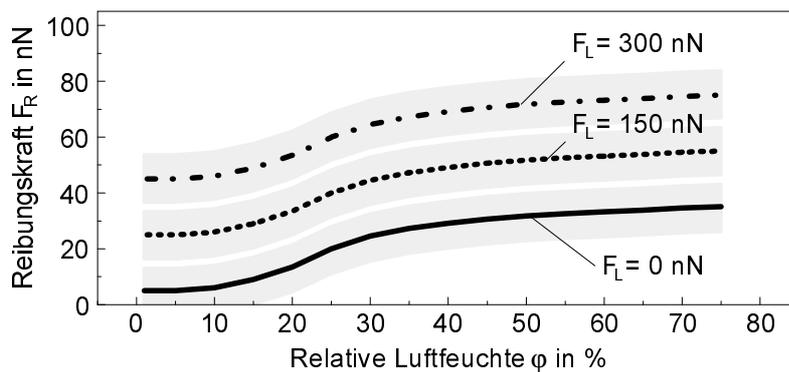


**Bild 5.39:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir und Silicium in Abhängigkeit von der Auflagekraft  $F_L$  bei  $\phi = 50\%$  und einer Spitzenendbreite von  $B_t = 50\text{-}200\text{ nm}$  bzw.  $B_t > 250\text{ nm}$ .

Eine genauere Abhängigkeit der Reibungskraft zu einer bestimmten Spitzenendbreite war aufgrund der hohen Meßwertstreuungen nicht möglich. Für  $B_t > 250\text{ nm}$  waren die Streuungen insgesamt kleiner und die Kontaktverhältnisse definierter (vgl. Bild 4.37 und 4.38, Kap. 4.2.4.2). Unabhängig von der relativen Luftfeuchte war im Mittel für eine Auflagekraft

$F_L > 25\text{-}50\text{ nN}$  ein linearer Anstieg der Reibungskraft mit zunehmender Auflagekraft festzustellen. Für  $F_L < 25\text{-}50\text{ nN}$  kam es meist zu einem spontanen Kontaktabriß aus der Gleitbewegung heraus. Eine kontrollierte Reduzierung der Auflagekraft unterhalb von  $50\text{ nN}$  war deshalb trotz der i.a. hohen Abrißkraft nur in wenigen Fällen durchzuführen.

Das **Bild 5.40** zeigt die im Mittel festgestellte Reibungskraft  $F_R$  in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  für eine Auflagekraft von  $F_L = 0\text{ nN}$ ,  $F_L = 150\text{ nN}$  und  $F_L = 300\text{ nN}$ . Aufgrund der geringeren Meßwertstreuungen wurden nur die Werte für  $B_t > 250\text{ nm}$  aufgetragen. Bei den Messungen mit Spitzen einer Endbreite zwischen  $50$  und  $200\text{ nm}$  war zwar näherungsweise die gleiche qualitative Abhängigkeit festzustellen, die diskreten Meßwerte unterlagen jedoch einer hohen Streuung (vgl. Bild 5.39).



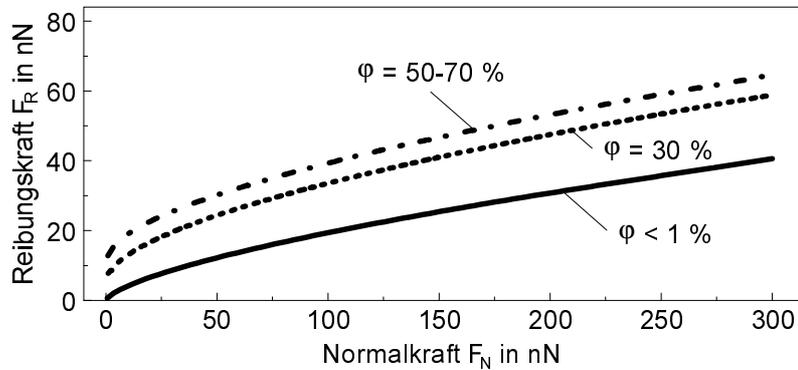
**Bild 5.40:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir und Silicium in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  bei einer Auflagekraft  $F_L = 0\text{ nN}$ ,  $F_L = 150\text{ nN}$  und  $F_L = 300\text{ nN}$ .

Wie die Untersuchungen zeigten, nahm bei konstanter Auflagekraft und für  $\varphi < 30\text{-}50\%$  die Reibungskraft mit steigender relativer Luftfeuchte im Mittel zu. Bei einer Luftfeuchte von  $\varphi > 30\text{-}50\%$  verblieb die Reibungskraft dagegen nahezu auf konstantem Niveau. Die steigende relative Luftfeuchte übte demnach zwischen  $\varphi = 30\%$  und  $70\%$  keinen signifikanten Einfluß mehr auf die Reibung aus. Die Reibungskraft zwischen den angenommenen Oberflächenschichten bzw. deren Scherwiderstand untereinander wäre damit in diesem Feuchtebereich primär von der Auflagekraft abhängig.

Hinsichtlich der Angabe einer Reibungszahl für den Gleitkontakt zwischen Saphir und Silicium stellt sich analog zu den Messungen zwischen Silicium und Silicium die Frage nach der tatsächlich im Kontakt wirksamen Normalkraft  $F_N$ . Trotz der i.a. hohen statischen Abrißkraft fand ein Kontaktabriß aus der Gleitbewegung oft schon bei kleiner positiver Auflagekraft statt. Offensichtlich eignete sich die statische Abrißkraft  $F_A$  auch hier nicht zur Festlegung der Normalkraft gemäß  $F_N = F_L + F_A$  (Gl. 5.13). Zur Angabe einer Normalkraft erscheint es daher auch hier wieder zweckmäßig anzunehmen, daß die effektiv im Gleitkontakt wirksame Adhäsionskomponente der Normalkraft näherungsweise durch die dynamische Abrißkraft  $F_{A, \text{dyn}}$  wiedergegeben wird und somit die Beziehung  $F_N = F_L + F_{A, \text{dyn}}$  (Gl. 5.14) vorzuziehen ist.

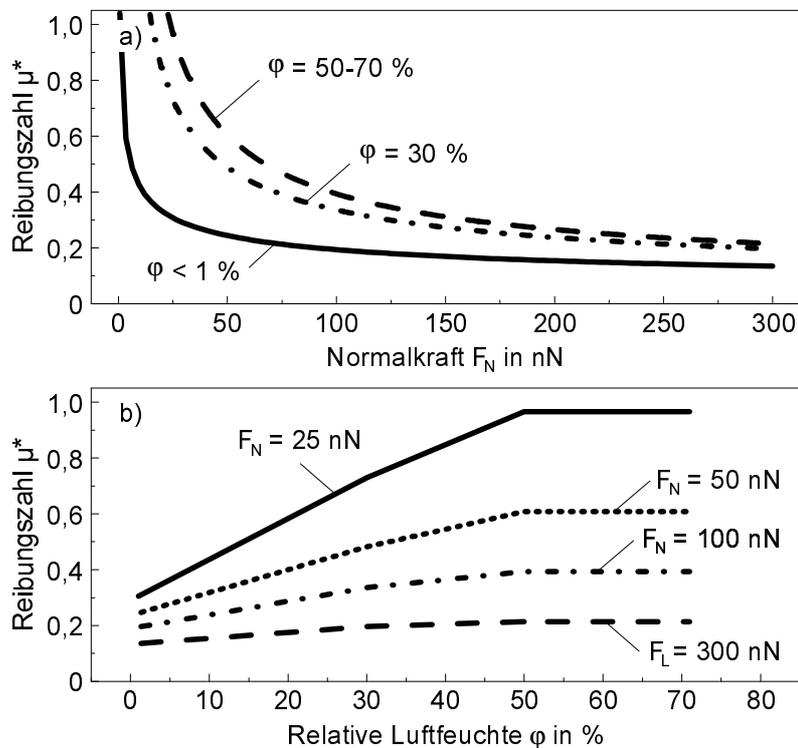
Die Gültigkeit von Gl. 5.14 vorausgesetzt und unter der Annahme einer von der Auflagekraft unabhängigen Adhäsionskraft kann eine Darstellung der Reibungskraft in Abhängigkeit von der Normalkraft erfolgen. Dementsprechend ist im **Bild 5.41** die Reibungskraft  $F_R$  in Abhän-

gigkeit von der Normalkraft  $F_N$  für  $\varphi < 1\%$ ,  $\varphi = 30\%$  und  $\varphi = 50-70\%$  aufgetragen. Zur Ermittlung der dargestellten Kurven wurden die Messungen herangezogen, bei denen ein stetiger Kurvenverlauf  $F_R(F_L)$  bis zum Kontaktabriß mit  $F_L \leq 0$  nachgewiesen wurde (vgl. Bild 4.39, Kap. 4.2.4.2). Die ermittelten Werte für die dynamischen Abrißkraft  $F_{A, \text{dyn}}$  lagen bei maximal 50 nN.



**Bild 5.41:** Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir und Silicium in Abhängigkeit von der Normalkraft  $F_N = F_L + F_{A, \text{dyn}}$  bei  $\varphi < 1\%$ ,  $\varphi = 30\%$  und  $\varphi = 50-70\%$ .

Die Berechnung der Reibungszahl  $\mu^*$  erfolgte gemäß Gl. 5.15 mit  $\mu^* = F_R / (F_L + F_{A, \text{dyn}})$ . Das **Bild 5.42** zeigt die ermittelte Reibungszahl  $\mu^*$  in Abhängigkeit von der Normalkraft  $F_N$  und der relativen Luftfeuchte  $\varphi$  für die Werte nach Bild 5.41.

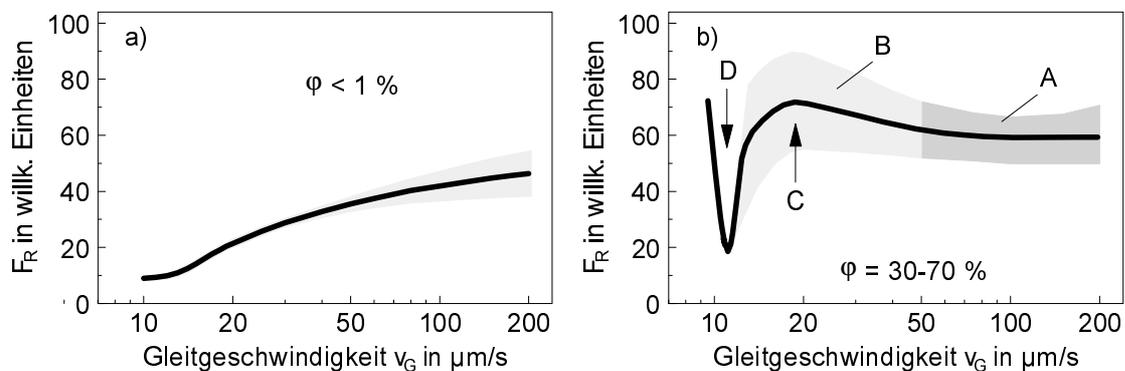


**Bild 5.42:** Reibungszahl  $\mu^*$  für Saphir gegen Silicium in Abhängigkeit von der Normalkraft  $F_N = F_L + F_{A, \text{dyn}}$  und der relativen Luftfeuchte  $\varphi$ :

- a)  $\mu^*(F_N)$  bei  $\varphi < 1\%$ ,  $\varphi = 30\%$ , und  $\varphi = 50-70\%$ ,
- b)  $\mu^*(\varphi)$  bei  $F_N = 25$  nN,  $F_N = 50$  nN,  $F_N = 100$  nN und  $F_N = 300$  nN.

Mit zunehmender Normalkraft fiel die Reibungszahl  $\mu^*$  immer stärker ab und lag für  $F_N = 300 \text{ nN}$  und  $\varphi < 1\%$  bei  $\mu^* \approx 0,13$  bzw. für  $\varphi = 50-70\%$  bei  $\mu^* \approx 0,2$ . Eine Extrapolation des Funktionsverlaufs lieferte für  $F_N \gg 300 \text{ nN}$  konstante Reibungszahlwerte von  $\mu^* \approx 0,1$  bei  $\varphi < 1\%$  bzw.  $\mu^* \approx 0,15$  für  $\varphi = 30-70\%$ . Die gleichen Abhängigkeiten gelten näherungsweise auch für den Einfluß der Auflagekraft  $F_L$  auf die Reibungszahl  $\mu^*$ , wenn gemäß der Bestimmungsgleichung der Normalkraft (Gl. 5.14) mit  $F_N = F_L + F_{A, \text{dyn}}$  und mit  $F_L \gg F_{A, \text{dyn}}$  für die Normalkraft  $F_N \approx F_L$  folgt. Eine konstante Reibungszahl stellt sich dabei um so schneller ein, je kleiner die Adhäsionskomponente der Normalkraft ist.

Der **Einfluß der Gleitgeschwindigkeit** auf die Reibungskraft wurde für Geschwindigkeiten von  $v_G = 10-200 \mu\text{m/s}$  untersucht. Die ermittelten Ergebnisse ließen eine Differenzierung zwischen den Messungen bei einer relativen Luftfeuchte von  $\varphi < 1\%$  und den Messungen bei  $\varphi \geq 30\%$  zu (vgl. Bild 4.43, Kap. 4.2.4.4). Eine qualitative Zusammenfassung der beobachteten Abhängigkeiten wird im **Bild 5.43** wiedergegeben. In der Graphik wurde zur Darstellung der Geschwindigkeit eine logarithmische Einteilung gewählt.



**Bild 5.43:** Qualitative Änderung der Reibungskraft  $F_R$  zwischen Saphir und Silicium in Abhängigkeit von der Gleitgeschwindigkeit  $v_G$  bei relativen Luftfeuchten von a)  $\varphi < 1\%$  und b)  $\varphi = 30-70\%$ .

Wie aus dem Bild 5.43a ersichtlich wird, war für  $\varphi < 1\%$  und zumindest bei Gleitgeschwindigkeiten von  $v_G > 20 \mu\text{m/s}$  eine näherungsweise lineare Zunahme der Reibungskraft  $F_R$  mit der logarithmisch aufgetragenen Gleitgeschwindigkeit  $v_G$  festzustellen. Dieses Verhalten korrespondiert mit dem in [184] angegebenen Ansatz

$$\tau = \tau_{0,v} + C_v \ln(v) \quad (5.25)$$

der die Abhängigkeit des Scherwiderstands  $\tau$  vom Geschwindigkeitsverhältnis  $v = (v_G / v_0)$ , beschreibt, wobei  $\tau_{0,v}$  und  $C_v$  Konstanten sind und  $v_0$  eine systemspezifische Geschwindigkeit darstellt [201]. Unter den genannten Bedingungen war demnach von einer Proportionalität gemäß  $F_R \sim \ln(v)$  auszugehen. Der Ansatz nach Gl. 5.25 wurde zur Charakterisierung der Reibung an molekular dünnen Oberflächenfilmen (z.B. Langmuir-Blodgett-Schichten) entwickelt und ist bei geringer Luftfeuchte offenbar auch für die Beschreibung der Reibung an den Saphiroberflächen anwendbar.

Bei höherer Luftfeuchte waren die festgestellten Abhängigkeiten komplexer. Für eine Gleitgeschwindigkeit zwischen  $v_G = 50-200 \mu\text{m/s}$  (Bereich 'A' im Bild 5.43b) war bei konstanter Auflagekraft eine von der Geschwindigkeit nahezu unabhängige Reibungskraft festzustellen.

Mit Reduzierung der Gleitgeschwindigkeit auf  $v_G < 50 \mu\text{m/s}$  wurde zuerst eine Zunahme der Reibungskraft mit fallender Geschwindigkeit beobachtet, die dann zwischen  $15\text{-}25 \mu\text{m/s}$  ein Maximum erreichte (im Bild 5.43b mit 'C' gekennzeichnet). Dabei war die Zunahme der Reibungskraft im Vergleich zur Reibungskraft bei  $v_G = 50\text{-}200 \mu\text{m/s}$  um so größer, je höher die Auflagekraft war. Für Gleitgeschwindigkeiten  $v_G < 20 \mu\text{m/s}$  konnte dann wieder eine Abnahme der Reibungskraft mit fallender Geschwindigkeit registriert werden, deren Minimum ('D') versuchsabhängig zwischen  $11$  und  $15 \mu\text{m/s}$  in einem eng begrenzten Bereich von  $\pm 0,5 \mu\text{m/s}$  lokalisiert wurde (vgl. Bild 4.44b, Kap. 4.2.4.4).

Aus der Literatur sind Analogien zur beobachteten Geschwindigkeitsabhängigkeit in Zusammenhang mit der Untersuchung der Reibungseigenschaften organischer Schichtsysteme zu finden [204]. In [205] werden z.B. RKM-Messungen bei einer Luftfeuchte von  $30\text{-}60\%$  an Gelatine-Filmen vorgestellt, in deren Ergebnis ebenfalls eine progressive Zunahme der Reibungskraft mit abnehmender Gleitgeschwindigkeit und steigender Auflagekraft festgestellt wurde (Bereich 'B' im Bild 5.43b). Die beobachteten Abhängigkeiten wurden auf ein viskoelastisches Verhalten des Materials und damit verbundenen Relaxationsvorgängen zurückgeführt. Die Ähnlichkeit dieser Untersuchungsergebnisse mit den im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Reibungskraftmessungen zwischen Saphir und Silicium lassen vermuten, daß in der angenommenen Zwischenschicht qualitativ vergleichbare Verhältnisse vorlagen. Die Eigenschaften solcher (molekularer) Schichten können sich als ausgesprochen komplex darstellen und sind von verschiedenen Faktoren wie Schichtdicke, Beanspruchungsrichtung und Vorbelastung, Druck, Struktur und Kommensurabilität der Oberflächen sowie dem Ordnungszustand der Moleküle innerhalb der Schicht abhängig [206, 207]. Werden der angenommenen Zwischenschicht gelartige oder Flüssigkeitseigenschaften zugeordnet, so kann mit abnehmender Schichtdicke zwischen den Festkörperoberflächen auch davon ausgegangen werden, daß (u.a. geschwindigkeitsabhängig) kontinuierlich verlaufende Phasenübergänge vom flüssigen in einen festkörperähnlichen Zustand möglich sind (Solidifikation). Für den Festkörper- und den Flüssigkeitszustand ist dabei mit einer geringen Reibungskraft zu rechnen, im amorphen Übergangszustand dagegen mit einer erhöhten Reibung [208]. Ein Zusammenhang zwischen der Variation der Schichtdicke und der Gleitgeschwindigkeit kann hierbei ebenso angenommen werden [207, 209].



## 6. Zusammenfassung

Das Ziel der vorliegenden Arbeit war die rasterkraftmikroskopische Untersuchung der Reibung von Silicium- und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Einkristalloberflächen im Gleitkontakt mit Silicium unter Variation der Beanspruchungsparameter und der Umgebungsbedingungen.

Als Probenmaterial wurde einkristallines **Silicium** verwendet, dessen Oberflächenorientierung parallel zur (100)-Ebene lag. Für die Untersuchungen am Aluminiumoxid kamen **Saphir-Einkristalle** zum Einsatz deren Oberflächen parallel zu den kristallographischen Ebenen (0001)-C-Plane,  $(11\bar{2}0)$ -A-Plane und  $(1\bar{1}02)$ -R-Plane orientiert waren und die zur Probenvorbereitung bei  $1500^\circ\text{C}$  an Luft getempert wurden. Als Gegenkörper für die rasterkraftmikroskopischen Reibungsuntersuchungen dienten kommerzielle balkenförmige Cantilever rechteckigen Querschnitts mit integrierter **Sondenspitze** aus einkristallinem **Silicium**.

Zur Durchführung der Experimente standen zwei kommerzielle **Rasterkraftmikroskope** zur Verfügung (Standard- und Table-Top-RKM), die im 'Constant Force Mode' betrieben wurden. Die qualitative Reibungsmessung (Reibungskontrastmessung) erfolgte im Normalmode. Zur quantitativen Bestimmung der Reibungskraft wurden Topographiemessungen herangezogen, die im Parallelmode durchgeführt wurden. Zusätzliche Informationen zu den Wechselwirkungskräften wurden aus der Messung von Kraft-Weg-Kurven gewonnen.

Die Untersuchung der Reibungs- und Kontaktwechselwirkungen zwischen Silicium und Silicium bzw. Saphir und Silicium wurde bei Raumtemperatur unter Variation der relativen Luftfeuchte zwischen  $< 1\%$  und  $70\%$  durchgeführt. Die Variation der Auflagekraft erfolgte für die Paarung Silicium/Silicium bis ca.  $150\text{ nN}$  und für die Paarung Saphir/Silicium bis ca.  $300\text{ nN}$ . Weitere Parametervariationen wurden am Silicium bzgl. der Probertemperatur und am Saphir bzgl. der Gleitgeschwindigkeit realisiert.

Die Topographieuntersuchungen zeigten, daß das **Silicium** eine aus zufällig verteilten Rauheiten homogen zusammengesetzte Oberflächenstruktur aufwies. Die lokale Rauhtiefe lag zwischen  $0,5$  und  $3\text{ nm}$ . Des weiteren waren die Siliciumoberflächen mit einer  $1\text{-}2\text{ nm}$  dicken, amorphen Siliciumdioxidschicht bedeckt und als hydrophil anzusehen. Die getemperten **Saphiroberflächen** wiesen orientierungsabhängig, eine sich periodisch fortsetzende Terrassenstruktur mit variierender Breite und Stufenhöhe auf und zeigten einen hydrophilen Oberflächencharakter. Zur vereinfachten Beschreibung der Silicium- und Saphiroberflächen wurden jeweils charakteristische **Modelltopographien** abgeleitet.

Die Oberflächen der als Gegenkörper eingesetzten **Siliciumspitzen** wiesen eine Bedeckung mit amorphem Siliciumdioxid auf. Eine geometrische Charakterisierung der Spitzen wurde anhand von rasterelektronen- und transmissionselektronenmikroskopischen Aufnahmen sowie

der in-situ-Bestimmung der Spitzegeometrie aus rasterkraftmikroskopisch aufgenommenen Topographien vorgenommen. Dabei wurde festgestellt, daß die Siliciumspitzen infolge eines Reibungskontaktes einem Verschleiß unterlagen, der sich in einer Verkürzung der Spitzenlänge und einer daraus resultierenden Verbreiterung der Spitzenendbreite äußerte. Die beanspruchten Spitzen wiesen eine ebene Endfläche auf, deren Oberflächenrauheit  $< 1$  nm war. Zur Charakterisierung der Spitzen wurde ein **Zylindermodell** abgeleitet, mit dem die Spitzegeometrie näherungsweise aus der Spitzenendbreite bestimmt werden kann.

Zur Bewertung der durchgeführten **Kraft-Weg-Messungen** wurden unter Berücksichtigung der experimentell realisierten Versuchsparameter Modellrechnungen zur Einsprung- und Abrißkraft durchgeführt. Aus dem Vergleich mit den Untersuchungsergebnissen wurde gefolgert, daß die Größe der Einsprungskraft sowohl bei der Paarung Silicium/Silicium als auch bei der Paarung Saphir/Silicium auf eine adsorptionsbedingt vorhandene Wasserschicht an den Oberflächen und eine daraus resultierende Kapillarwechselwirkung zurückzuführen war. Eine Differenzierung zwischen Festkörperadhäsions- und Kapillarkraft konnte bei beiden Materialpaarungen anhand der Kraft-Weg-Kurven nicht vorgenommen werden.

Bei der Untersuchung der **Reibung** zwischen **Silicium und Silicium** wurde festgestellt, daß lokale Abweichungen von der mittleren Reibungskraft eindeutig mit der lokalen Steigung der **Oberflächentopographie** korreliert waren. Die Änderungen der Reibungskraft wurde auf eine mit der Steigung variierende Normalkraft senkrecht zur Probenoberfläche zurückgeführt. Bei der Reibung zwischen **Saphir und Silicium** standen die beobachteten Reibungskraftänderungen in direktem Zusammenhang mit der topographischen Struktur der C-, A- und R-Plane-Oberflächen und waren allein durch Kanteneffekte an den Topographiestufen begründet, die als vernachlässigbar klein angesehen werden konnten.

Die in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchte beobachtete Zunahme der **statischen Abrißkraft** zwischen **Silicium und Silicium** zeigte qualitativ eine Übereinstimmung mit dem an hydrophilen Siliciumoberflächen erwarteten Adsorptionsverhalten des Wassers aus der feuchten Luft. Unter der Bedingung, daß bei rauheitsbehafteten Oberflächen ein von den geometrischen Verhältnissen und vom Adsorptionsvolumen abhängiges Flüssigkeitsvolumen zwischen der Spitzen- und der Probenoberfläche eingeschlossen wird, wurde davon ausgegangen, daß die Änderung der Abrißkraft primär von einer Kapillarkraftkomponente bestimmt wurde, die proportional mit dem eingeschlossenen Flüssigkeitsvolumen anstieg. In Zusammenhang mit einer Reibungsbeanspruchung war festzustellen, daß die Abrißkraft im beanspruchten Zustand im Mittel um das 1,5-2-fache über der Abrißkraft des unbeanspruchten Zustandes lag. Dies ließ auf eine Modifizierung der Oberflächeneigenschaften (wie z.B. der Benetzungsfähigkeit) durch den Reibungskontakt schließen.

Aus den unter Variation der relativen **Luftfeuchte** durchgeführten Messungen zur **Reibungskraft** zwischen **Silicium und Silicium** ging hervor, daß die Reibungskraft für eine konstante Auflagekraft mit steigender Luftfeuchte zunahm. Gleichzeitig bestand ein direkter Zusammenhang mit der Erhöhung der statischen Abrißkraft in Abhängigkeit von der Luftfeuchte. Eine Abhängigkeit der Reibungskraft vom zurückgelegten Gleitweg wurde nicht beobachtet. Bei konstanter Luftfeuchte war mit steigender **Auflagekraft** eine Zunahme der Reibungskraft festzustellen. Unterhalb einer Auflagekraft von 50 nN wurde eine nichtlineare Abhängigkeit

der Reibungs- von der Auflagekraft beobachtet. Ein Reibungskontakt blieb dabei auch bei einer negativen Auflagekraft erhalten, was darauf zurückgeführt wurde, daß zusätzlich zur extern aufgeprägten Auflagekraft weitere Adhäsionskraftkomponenten additiv zur tatsächlichen Normalkraft im Kontakt beitrugen. Zur Charakterisierung der Adhäsionskomponenten wurde die Abrißkraft aus der Gleitbewegung (dynamische Abrißkraft) herangezogen. Für eine Auflagekraft  $> 50$  nN war ein Übergang zu einer linearen Abhängigkeit der Reibungs- von der Auflagekraft festzustellen. Für die Reibungszahl  $\mu^*$  wurde eine nichtlineare Abnahme mit steigender Normalkraft ermittelt, die bei hoher Normal- bzw. Auflagekraft ( $>> 300$  nN) gegen einen von der relativen Luftfeuchte unabhängigen Wert von ca. 0,11-0,12 strebte.

Die beobachteten Abhängigkeiten wurden mit Modellen zur Festkörperreibung verglichen, wobei von Oberflächen ausgegangen wurde, deren Mikrorauheiten unter Einwirkung der Auflage- und Adhäsionskraft einer elastisch-plastischen Verformung im Kontakt unterlagen. Dabei ist angenommen worden, daß die Reibungskraft anteilig durch die Größe des Scherwiderstandes innerhalb der Festkörperkontakte und durch den Scherwiderstand innerhalb der Kapillarkontakte bestimmt wurde. Die mit steigender relativer Luftfeuchte zunehmende Reibungskraft wurde mit einer Vergrößerung der Kapillarkontaktflächen erklärt, die auf die Adsorption von Wasser aus der feuchten Luft zurückzuführen war.

Der Einfluß der **Temperatur** auf die Reibungs- und Abrißkraft zwischen **Silicium und Silicium** wurde zwischen Raumtemperatur und  $200^\circ\text{C}$  untersucht. Bei der Messung der statischen Abrißkraft ohne vorhergehende Reibungsbeanspruchung war dabei eine Abnahme der Abrißkraft mit steigender Proben temperatur zu verzeichnen, wobei als Ursache hierfür eine temperaturabhängige Desorption von adsorbiertem Wasser mit einer daraus resultierenden Reduzierung der Kapillarkomponente der Abrißkraft angenommen wurde. Ein dazu konträres Verhalten wurde im Zusammenhang mit der Beanspruchung durch einen Reibungskontakt beobachtet. Mit steigender Temperatur nahm dabei die Abrißkraft näherungsweise in quadratischer Abhängigkeit zu. In Verbindung mit der Kontaktbeanspruchung und der temperaturbedingten Desorption des Wassers wurde ein Wechsel des Oberflächencharakters des Siliciumdioxids von hydrophil zu hydrophob vermutet. Unabhängig von der Proben temperatur war mit steigender Auflagekraft eine Zunahme der Reibungskraft festzustellen, wobei qualitativ die gleichen Abhängigkeiten wie bei den Messungen bei Raumtemperatur zu beobachten waren. Für eine konstante Normalkraft wurde eine kontinuierliche Abnahme der Reibungszahl  $\mu^*$  mit steigender Proben temperatur festgestellt, die auf die zunehmende Abrißkraft und damit auf eine erhöhte Normalkraftkomponente im Kontakt zurückgeführt wurde.

Bei der Untersuchung der **Reibungs- und Kontaktwechselwirkungen** zwischen **Saphir und Silicium** wurde festgestellt, daß ein Einfluß der kristallographischen **Oberflächenorientierung** der Saphire auf die Größe der Reibungs- und Abrißkraft nicht nachzuweisen war. Als Grund dafür wurde angenommen, daß die Wechselwirkungseigenschaften primär von einer für alle Oberflächen ähnlichen Adsorbat- bzw. Reaktionsschicht bestimmt worden sind. Aus den durch einen Reibungskontakt verursachten **Oberflächenveränderungen** wurde ebenfalls auf eine vorhandene dünne Oberflächenreaktionsschicht mit reibungsmindernden Eigenschaften geschlossen, von der die Saphiroberflächen an feuchter Luft bedeckt waren. Im Gleitkontakt mit den Siliciumspitzen fand vermutlich auch ein chemisch aktivierter Materialabtrag in atomarer Dimension statt. Als Indiz dafür wurden die beobachteten Materialverschiebungen

auf den Saphiroberflächen und die Materialablagerungen an den Oberflächen beanspruchter Siliciumspitzen gewertet. Es wurde deshalb von der Annahme ausgegangen, daß sich durch den Einfluß des adsorbierten Wassers aus der Umgebungsatmosphäre eine 'weiche' Oberflächenreaktionsschicht auf den Saphiroberflächen bildete. Die Annahme der Bildung einer solchen Schicht wurde auch durch die gezeigten Oberflächenreaktionen unter direkter Einwirkung von Wasser gestützt. Ob durch den Reibungskontakt mit den Siliciumspitzen die Bildung stabiler Aluminiumhydroxidverbindungen ausgelöst oder gefördert wurde oder durch tribochemische Reaktionen in Verbindung mit dem Siliciumdioxid der Spitzen z.B. Alumo-Silicat-Verbindungen entstanden, konnte nicht geklärt werden.

Für die zwischen **Saphir und Silicium** durchgeführten Reibungs- und Abrißkraftmessungen wurde davon ausgegangen, daß der Kontakt primär über eine **Zwischenschicht** realisiert wurde, die eine Trennung der Festkörperoberflächen von Siliciumspitze und Saphirprobe zur Folge hatte. Eine meßtechnische Kontrolle dieser Schicht(en) insbesondere an der Spitzenoberfläche war nicht gegeben, so daß deren Einstellung als nicht reproduzierbar zu bewerten war. Ebenso war es nicht möglich, anhand der Messungen im 'Contact Mode' direkte Aussagen zu den spezifischen Schichteigenschaften (z.B. Schichtdicke oder elastisch-plastisches Verhalten) zu treffen, die als Einflußfaktoren auf das Reibungs- und Abrißverhalten anzusehen waren und die auch als ursächlich für die im Vergleich zu den Messungen zwischen Silicium und Silicium hohen Meßwertstreuungen angesehen wurden.

Anhand der Messungen zur **statischen Abrißkraft** zwischen **Saphir und Silicium** wurde bis zu einer relativen Luftfeuchte von ca. 30-50 % eine Zunahme der Abrißkraft mit steigender Feuchte festgestellt. Für eine Luftfeuchte > 50 % war dagegen keine eindeutige Tendenz abzuleiten. Zum einen wurde ein weiterer Anstieg der Abrißkraft verzeichnet, in anderen Fällen war eine Abnahme mit steigender Luftfeuchte zu beobachten. Eine Abhängigkeit der Abrißkraft von der Beanspruchung durch einen Reibungskontakt war nicht nachweisbar.

Im Ergebnis der unter Variation der **Auflagekraft** und der relativen **Luftfeuchte** durchgeführten Reibungskraftmessungen war festzustellen, daß bei konstanter Luftfeuchte die Reibungskraft mit steigender Auflagekraft zunahm. Für eine konstante Auflagekraft wurde mit steigender Luftfeuchte ebenfalls ein Anstieg der Reibungskraft ermittelt, wobei für eine Luftfeuchte > 30-50 % der Zuwachs zum Teil stagnierte und die Reibungskraft nahezu konstant war. Die Reibungszahl  $\mu^*$  nahm dabei in nichtlinearer Abhängigkeit mit steigender Normalkraft ab und strebte für eine hohe Normal- bzw. Auflagekraft ( $\gg 300$  nN) gegen einen Wert von ca. 0,1-0,15. Die in Zusammenhang mit den Reibungskraftmessungen unter Variation der Gleitgeschwindigkeit beobachteten Abhängigkeiten unterstützten die Annahme einer zwischen den Festkörperoberflächen von Siliciumspitze und Saphirprobe befindlichen Zwischenschicht.

# Literaturverzeichnis

- [1] H. Jost: Lubrication (tribology) education and research - a report on the present position and industry's needs. Her Majesty's Stationery Office, London, (1966).
- [2] DIN 50323, Teil 1: Tribologie; Begriffe. Beuth Verlag, Berlin, (1988).
- [3] K.-H. Zum Gahr: Tribologie: Reibung - Verschleiß - Schmierung. Naturwissenschaften, 72 (1985), 260 - 267.
- [4] H. Czichos, K.-H. Habig: Tribologie-Handbuch: Reibung und Verschleiß; Systemanalyse, Prüftechnik, Werkstoffe und Konstruktionselemente. Vieweg Verlag, Braunschweig, (1992).
- [5] K.-H. Zum Gahr: Microstructure and Wear of Materials. Elsevier, Amsterdam, (1987).
- [6] DIN 50320: Verschleiß; Begriffe; Systemanalyse von Verschleißvorgängen; Gliederung des Verschleißgebietes. Beuth Verlag, Berlin, (1979).
- [7] DIN 50323, Teil 3: Tribologie; Reibung ; Begriffe, Arten, Zustände, Kenngrößen. Beuth Verlag, Berlin, (1983).
- [8] O. Pigors: Werkstoffe in der Tribotechnik: Reibung, Schmierung und Verschleißbeständigkeit von Werkstoffen und Bauteilen. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, (1993).
- [9] H. Czichos: Festkörperreibung - Teilgebiet der Tribologie. Umschau, 4 (1971), 116 - 120.
- [10] K.-H. Zum Gahr: Grundlagen des Verschleißes. VDI Berichte Nr. 600.3. VDI Verlag, Düsseldorf, (1987), 29 - 56.
- [11] K.-H. Zum Gahr (Hrsg.): Reibung und Verschleiß: Mechanismen - Prüftechnik - Werkstoffeigenschaften. Deutsche Gesellschaft für Metallkunde e.V., Oberursel, (1983).
- [12] K.-H. Zum Gahr: Reibung und Verschleiß: Ursachen - Arten - Mechanismen. In: H. Grewe (Hrsg.): Reibung und Verschleiß. DGM-Informationsgesellschaft, Oberursel, (1992), 3 - 14.
- [13] A.W. Adamson: Physical Chemistry of Surfaces. John Wiley & Sons, New York, (1967).
- [14] R. Kaneko: Microtribology today and tomorrow. Wear, 168 (1993), 1 - 5.
- [15] R. Kaneko: Microtribology. Jpn. J. Tribol., 41 (1996) 1, 79 - 82.
- [16] J.F. Belak: Nanotribology. MRS Bulletin, Vol. XVIII (1993) 5, 15 - 17.
- [17] S. Granick: Molecular tribology. MRS Bulletin, Vol. XVI (1991) 10, 33 - 35.
- [18] J. Krim: Reibung auf atomarer Ebene. Spektrum der Wissenschaften, 12 (1996), 80 - 85.
- [19] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, E. Weibel: Surface studies by scanning tunneling microscopy. Phys. Rev. Lett., 49 (1982) 1, 57 - 61.

- [20] H.K. Wickramasinghe: Raster-Sonden-Mikroskopie. Spektrum der Wissenschaften, 12 (1989), 62 - 70.
- [21] D.W. Pohl: SXM-Rastermikroskopie für x-beliebige Oberflächeneigenschaften. Phys. Bl., 47 (1991) 6, 517 - 520.
- [22] C. Hamann, M. Hietschold: Raster-Tunnel-Mikroskopie. Akademie-Verlag GmbH, Berlin, (1991).
- [23] Y. Kuk, P.J. Silverman: Scanning tunneling microscope instrumentation. Rev. Sci. Instrum., 60 (1989) 2, 165 - 180.
- [24] K. Dransfeld: Atomare Bewegungen in der Tunnel- und Kraftmikroskopie. Phys. Bl., 46 (1990) 8, 307 - 312.
- [25] D.R. Louder, B.A. Parkinson: Scanning probe microscopy. Anal. Chem., 66 (1994) 12, 84R - 105R.
- [26] R. Coratger, V. Sivel, F. Ajustron, J. Beauvillain: Scanning tunneling microscopy and related techniques for surface analysis. Micron, 25 (1994) 3, 267 - 269.
- [27] G. Binnig, C.F. Quate, C. Gerber: Atomic force microscope. Phys. Rev. Lett., 56 (1986) 9, 930 - 933.
- [28] J. Schneir, O. Marti, G. Remmers, D. Gläser, R. Sonnenfeld, B. Drake, V. Elings: Scanning tunneling microscopy and atomic force microscopy of the liquid-solid interface. J. Vac. Sci. Technol., A 6 (1988) 2, 283 - 285.
- [29] G. Meyer, N.M. Amer: Simultaneous measurement of lateral and normal forces with an optical-beam-deflection atomic force microscope. Appl. Phys. Lett., 57 (1990) 20, 2089 - 2091.
- [30] J. Mlynek, J. Colchero, O. Marti: Combined scanning force and friction microscopy. Nanotechnology, 1 (1990), 141 - 144.
- [31] D. Sarid, V. Elings: Review of scanning force microscopy. J. Vac. Sci. Technol., B 9 (1991) 2, 431 - 437.
- [32] O. Marti, J. Colchero: Reibungsmikroskopie. Phys. Bl., 48 (1992) 12, 1007 - 1009.
- [33] R. Overney, E. Meyer: Tribological investigations using friction force microscopy. MRS Bulletin, Vol. XVIII (1993) 5, 26 - 34.
- [34] T. Göddenhenrich: Rasterkraft- und Magnetokraft-Mikroskopie. Labor Praxis (Sonderheft Labor 2000), (1992), 164 - 169.
- [35] J.B. Pethica, W.C. Oliver: Tip surface interactions in STM and AFM. Phys. Scr., T 19 (1987), 61 - 66.
- [36] C.M. Mate, G.M. McClelland, R. Erlandsson, S. Chiang: Atomic-scale friction of a tungsten tip on a graphite surface. Phys. Rev. Lett., 59 (1987) 17, 1942 - 1945.
- [37] N.A. Burnham, R.J. Colton: Measuring the nanomechanical properties and surface forces of materials using an atomic force microscope. J. Vac. Sci. Technol., A 7 (1989) 4, 2906 - 2913.
- [38] U. Landman, W.D. Luedtke, N.A. Burnham, R.J. Colton: Atomistic mechanisms and dynamics of adhesion, nanoindentation, and friction. Science, 248 (1990) 4, 454 - 461.
- [39] G.S. Blackman, C.M. Mate, M.R. Philpott: Atomic force microscope studies of lubricant films on solid surfaces. Vacuum, 41 (1990) 4-6, 1283 - 1286.
- [40] B. Bhushan, G.S. Blackman: Atomic force microscopy of magnetic rigid disks and sliders and its applications to tribology. J. Tribol., 113 (1991) 7, 452 - 457.
- [41] M. Radmacher, R.W. Tillmann, M. Fritz, H.E. Gaub: From molecules to cells: Imaging soft samples with the atomic force microscope. Science, 257 (1992) 9, 1900 - 1905.

- [42] A.L. Weisenhorn, P. Maivald, H.-J. Butt, P.K. Hansma: Measuring adhesion, attraction, and repulsion between surfaces in liquids with an atomic-force microscope. *Phys. Rev.*, B 45 (1992) 19, 11226 - 11232.
- [43] M.B. Salmeron: Use of the atomic force microscope to study mechanical properties of lubricant layers. *MRS Bulletin*, Vol. XVIII (1993) 5, 20 - 25.
- [44] J. Belak, D.B. Boercker, I.F. Stowers: Simulation of nanometer-scale deformation of metallic and ceramic surfaces. *MRS Bulletin*, Vol. XVIII (1993) 5, 55 - 60.
- [45] J.-A. Ruan, B. Bhushan: Atomic-scale and microscale friction studies of graphite and diamond using friction force microscopy. *J. Appl. Phys.*, 76 (1994) 9, 5022 - 5035.
- [46] B. Bhushan, V.N. Koinkar: Nanoindentation hardness measurements using atomic force microscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 64 (1994) 13, 1653 - 1655.
- [47] B. Bhushan, V.N. Koinkar, J.-A. Ruan: Microtribology of magnetic media. *Proc. Instn. Mech. Engrs. (IMEchE)*, Part J, Vol. 208 No. J1 (J. Eng. Trib.), (1994), 17 - 30.
- [48] M. Labardi, M. Allegrini, M. Salerno, C. Frediani, C. Ascoli: Dynamical friction coefficient maps using a scanning force and friction microscope. *Appl. Phys.*, A 59 (1994), 3 - 10.
- [49] N. Sasaki: Recent developments in molecular dynamics approach to atom scale friction and wear. *Jpn. J. Tribol.*, 39 (1994) 3, 291 - 301.
- [50] I.L. Singer: Friction and energy dissipation at the atomic scale: A review. *J. Vac. Sci. Technol.*, A 12 (1994) 6, 2605 - 2616.
- [51] B. Bhushan, J.N. Israelachvili, U. Landman: Nanotribology: Friction, wear and lubrication at the atomic scale. *Nature*, 375 (1995) 4, 607 - 616.
- [52] T. Fries: Neue Dimensionen - Neubewertung der Oberflächenrauheit mit dem Rasterkraftmikroskop. *Materialprüfung*, 37 (1995) 5, 160 - 163.
- [53] S. Morita, S. Fujisawa, Y. Sugawara: Spatially quantized friction with a lattice periodicity. *Surf. Sci. Rep.*, 23 (1996), 1 - 41.
- [54] R. Kaneko, S. Umemura, M. Hirano, Y. Andoh, T. Miyamoto, S. Fukui: Recent progress in microtribology. *Wear*, 200 (1996), 296 - 304.
- [55] K. Komvopoulos: Surface engineering and microtribology for microelectromechanical systems. *Wear*, 200 (1996), 305 - 327.
- [56] P. Hermann: *Kompodium der allgemeinen und anorganischen Chemie*. VEB Gustav Fischer Verlag, Jena, (1982).
- [57] L. Beyer: *Anorganische Chemie - Grundkurs*. VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin, (1989).
- [58] W. Menz, P. Bley: *Mikrosystemtechnik für Ingenieure*. VCH Verlag, Weinheim, (1993).
- [59] K.E. Petersen: Silicon as a mechanical material. *Proc. IEEE*, 70 (1982) 5, 420 - 457.
- [60] J.B. Angell, S.C. Terry, P.W. Barth: Silicon micromechanical devices. *Sci. Amer.*, 248 (1983) 4, 36 - 47.
- [61] M. Mehregany, Y.-C. Tai: Surface micromachined mechanisms and micromotors. *J. Micromech. Microeng.*, 1 (1991), 73 - 85.
- [62] M. Esashi: Silicon micromachining and micromachines. *Wear*, 168 (1993), 181 - 187.
- [63] A. Smakula: *Einkristalle - Wachstum, Herstellung und Anwendung*. Springer-Verlag, Berlin, (1962).
- [64] *CD Römpp Chemie Lexikon*. Thieme-Verlag, Stuttgart, (1995).
- [65] W.A. Brantley: Calculated elastic constants for stress problems associated with semiconductor devices. *J. Appl. Phys.*, 44 (1973) 1, 534 - 535.

- [66] A. Lösche (Hrsg.): Grimsehl - Lehrbuch der Physik Band 4: Struktur der Materie. BSB B.G. Teubner Verlagsgesellschaft, Leipzig, (1988).
- [67] F.J. Grunthaler, P.J. Grunthaler: Chemical and electronic structure of the SiO<sub>2</sub>/Si interface. *Mat. Sci. Rep.*, 1 (1986), 65 - 160.
- [68] M. Grundner, H. Jacob: Investigations on hydrophilic and hydrophobic silicon (100) wafer surfaces by X-ray photoelectron and high-resolution electron energy loss-spectroscopy. *Appl. Phys.*, A 39 (1986), 73 - 82.
- [69] H. Scholze: *Glas*. Springer-Verlag, Berlin, (1988).
- [70] F.J. Grunthaler, P.J. Grunthaler, R.P. Vasquez, B.F. Lewis, J. Maserjian, A. Madhukar: High-resolution X-ray photoelectron spectroscopy as a probe of local atomic structure: Application to amorphous SiO<sub>2</sub> and the Si-SiO<sub>2</sub> interface. *Phys. Rev. Lett.*, 43 (1979) 22, 1683 - 1686.
- [71] G. Hollinger, F.J. Himpsel: Probing the transition layer at the SiO<sub>2</sub>-Si interface using core level photoemission. *Appl. Phys. Lett.*, 44 (1984) 1, 93 - 95.
- [72] K. Schade: *Halbleitertechnologie. Band 1: Mechanische und chemische Kristallbearbeitung, Schichtherstellung*. VEB Verlag Technik, Berlin, (1981).
- [73] R.H. Doremus: Oxidation of silicon by water and oxygen and diffusion in fused silica. *J. Phys. Chem.*, 80 (1976) 16, 1773 - 1775.
- [74] C. Fiori, R.A.B. Devine: Evidence for a wide continuum of polymorphs in *a*-SiO<sub>2</sub>. *Phys. Rev.*, B 33 (1986) 4, 2972 - 2974.
- [75] P.A. Thiel, T. Madey: The interaction of water with solid surfaces: Fundamental aspects. *Surf. Sci. Rep.*, 7 (1987), 211 - 385.
- [76] N. Yabumoto: Analysis of moisture adsorbed on surface. *Jpn. J. Tribol.*, 40 (1995) 6, 529 - 537.
- [77] H.-P. Boehm: Funktionelle Gruppen an Festkörper-Oberflächen. *Angew. Chem.*, 78 (1966) 12, 617 - 628.
- [78] M.L. Hair: Hydroxyl groups on silica surface. *J. Non-Crystalline Solids*, 19 (1975), 299 - 309.
- [79] R. Williams, A.M. Goodman: Wetting of thin layers of SiO<sub>2</sub> by water. *Appl. Phys. Lett.*, 25 (1974) 10, 531 - 532.
- [80] A. Petzold, J. Ulbricht: *Aluminiumoxid*. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, (1991).
- [81] H. Salmang, H. Scholze: *Keramik - Teil 2: Keramische Werkstoffe*. Springer-Verlag, Berlin, (1983).
- [82] E. Dörre, H. Hübner: *Alumina - Processing, Properties, and Applications*. Springer-Verlag, Berlin, (1984).
- [83] H. Salmang, H. Scholze: *Keramik - Teil 1: Allgemeine Grundlagen und wichtige Eigenschaften*. Springer-Verlag, Berlin, (1982).
- [84] M.L. Kronberg: Plastic deformation of single crystals of sapphire: Basal slip and twinning. *Acta Met.*, 5 (1957), 507 - 524.
- [85] L.D. Hart (ed.): *Alumina Chemicals: Science and Technology Handbook*. The American Ceramic Society, Westerville, Ohio, (1990).
- [86] W.Y. Ching, Y.-N. Xu: First-principles calculation of electronic, optical, and structural properties of  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *J. Am. Ceram. Soc.*, 77 (1994) 2, 404 - 411.
- [87] P.W. Tasker: Surfaces of magnesia and alumina. *Adv. Ceram.*, 10 (1984), 176 - 189.
- [88] J.D. Snow, A.H. Heuer: Slip systems in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *J. Am. Ceram. Soc.*, 56 (1973) 3, 153 - 157.

- [89] I. Manassidis, M.J. Gillan: Structure and energetics of alumina surfaces calculated from first principles. *J. Am. Ceram. Soc.*, 77 (1994) 2, 335 - 338.
- [90] D.E. Ellis, J. Guo, D.J. Lam: Cluster model of bulk, surface, and impurity structure in  $\alpha$ -alumina. *J. Am. Ceram. Soc.*, 77 (1994) 2, 398 - 403.
- [91] T. Hsu, Y. Kim: Reconstruction of the  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(1120) surfaces. *Surf. Sci. Lett.*, 243 (1991), L63 - L66.
- [92] T.A. Michalske, B.C. Bunker, S.W. Freiman: Stress corrosion of ionic and mixed ionic/covalent solids. *J. Am. Ceram. Soc.*, 69 (1986) 10, 721 - 724.
- [93] W.M. Mullins, B.L. Averbach: Surface properties of silicon and aluminium oxide powders. *Surf. Sci.*, 206 (1988), 41 - 51.
- [94] W.A. Ducker, Z. Xu, D.R. Clarke, J.N. Israelachvili: Forces between alumina surfaces in salt solutions: Non-DLVO forces and the implications for colloidal processing. *J. Am. Ceram. Soc.*, 77 (1994) 2, 437 - 443.
- [95] K. Deng, W.H. Ko: A study of static friction between silicon and silicon compounds. *J. Micromech. Microeng.*, 1 (1991), 14 - 20.
- [96] D.E. Kim, N.P. Suh: Frictional behaviour of extremely smooth and hard solids. *Wear*, 162-164 (1993), 873 - 879.
- [97] S. Venkatesan, B. Bhushan: The sliding friction and wear behavior of single-crystal, polycrystalline and oxidized silicon. *Wear*, 171 (1994), 25 - 32.
- [98] K.J. Gabriel, F. Behi, R. Mahadevan, M. Mehregany: In situ friction and wear measurements in integrated polysilicon mechanisms. *Sens. Actuators*, A21-23 (1990), 184 - 188.
- [99] J.-A. Ruan, B. Bhushan: Atomic-scale friction measurements using friction force microscopy: Part I - General principles and new measurement techniques. *ASME J. Tribol.*, 116 (1994) 4, 378 - 388.
- [100] B. Bhushan, V.N. Koinkar: Tribological studies of silicon for magnetic recording application (invited). *J. Appl. Phys.*, 75 (1994) 10, 5741 - 5746.
- [101] M. Binggeli, C.M. Mate: Influence of capillary condensation of water on nanotribology studied by force microscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 65 (1994) 4, 415 - 417.
- [102] M. Binggeli, C.M. Mate: Influence of water vapor on nanotribology studied by friction force microscopy. *J. Vac. Sci. Technol.*, B 13 (1995) 3, 1312 - 1315.
- [103] T. Teuschler, K. Mahr, S. Miyazaki, M. Hundhausen, L. Ley: Nanometerscale modification of the tribological properties of Si(100) by scanning force microscope. *Appl. Phys. Lett.*, 66 (1995) 19, 2499 - 2501.
- [104] E. Meyer, R. Lüthi, L. Howald, M. Bammerlin, M. Guggisberg, H.-J. Güntherodt, L. Scandella, J. Gobrecht, A. Schumacher, R. Prins: Friction force spectroscopy. In: B.N.J. Persson, E. Tosatti (eds.): *Physics of Sliding Friction*. I.B.M., (1996), 349 - 367.
- [105] D.E. Kim, N.P. Suh: On microscopic mechanisms of friction and wear. *Wear*, 149 (1991), 199 - 208.
- [106] V.N. Koinkar, B. Bhushan: Microtribological studies of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC, polycrystalline and single-crystal Mn-Zn ferrite, and SiC head slider materials. *Wear*, 202 (1996), 110 - 122.
- [107] E. Meyer, M. Bammerlin, R. Lüthi, L. Howald: Tribologische Untersuchungen im Mikro- und Nanometerbereich mit Hilfe der Rastersondenmikroskopie. In: K.-H. Zum Gahr (Hrsg.): *Reibung und Verschleiß*. DGM Informationsgesellschaft mbH, Oberursel, (1996), 3 - 11.
- [108] A. Marti, G. Hähner, N.D. Spencer: Reibung und pH-Wert: Eine rasterkraftmikroskopische Studie. In: K.-H. Zum Gahr (Hrsg.): *Reibung und Verschleiß*. DGM Informationsgesellschaft mbH, Oberursel, (1996), 205 - 210.

- [109] J. Israelachvili: Intermolecular and Surface Forces. Academic Press, London, (1992).
- [110] D.A. Bonnell: Scanning Tunneling Microscopy and Spectroscopy, Theory, Techniques and Applications. VCH Publishers, New York, (1993).
- [111] G.Y. Chen, R.J. Warmack, T. Thundat, D.P. Allison: Resonance response of scanning force microscopy cantilevers. *Rev. Sci. Instrum.*, 65 (1994) 8, 2532 - 2537.
- [112] D.R. Baselt, J.D. Baldeschwieler: Lateral forces during atomic force microscopy of graphite in air. *J. Vac. Sci. Technol.*, B 10 (1992) 5, 2316 - 2322.
- [113] A.J. den Boef: The influence of lateral forces in scanning force microscopy. *Rev. Sci. Instrum.*, 62 (1991) 1, 88 - 92.
- [114] J.M. Neumeister, W.A. Ducker: Lateral, normal, and longitudinal spring constants of atomic force microscopy cantilevers. *Rev. Sci. Instrum.*, 65 (1994) 8, 2227 - 2531.
- [115] G. Meyer, N.M. Amer: Optical-beam-deflection atomic force microscopy: The NaCl (001) surface. *Appl. Phys. Lett.*, 56 (1990) 21, 2100 - 2101.
- [116] G. Meyer, N.M. Amer: Novel optical approach to atomic force microscopy. *Appl. Phys. Lett.*, 53 (1988) 12, 1045 - 1047.
- [117] S. Fujisawa, M. Ohta, T. Konishi, Y. Sugawara, S. Morita: Difference between the forces measured by an optical lever deflection and by an optical interferometer in an atomic force microscope. *Rev. Sci. Instrum.*, 65 (1994) 3, 644 - 647.
- [118] C. Ascoli, F. Dinelli, C. Frediani, D. Petracchi, M. Salerno, M. Labardi, M. Allegrini, F. Fusco: Normal and lateral forces in scanning force microscopy. *J. Vac. Sci. Technol.*, B 12 (1994) 3, 1642 - 1645.
- [119] W. Beitz, K.-H. Küttner (Hrsg.): *Dubbel - Taschenbuch für den Maschinenbau*. Springer-Verlag, Berlin, (1990).
- [120] S. Grafstöm, J. Ackermann, T. Hagen, R. Neumann, O. Probst: Analysis of lateral force effects on the topography in scanning force microscopy. *J. Vac. Sci. Technol.*, B 12 (1994) 3, 1558 - 1564.
- [121] S. Grafstöm, M. Neitzert, T. Hagen, J. Ackermann, R. Neumann, O. Probst, M. Wörtge: The role of topography and friction for the image contrast in lateral force microscopy. *Nanotechnology*, 4 (1993), 143 - 151.
- [122] B.K. Annis, D.F. Pedraza: Effect of friction on atomic force microscopy of ion implanted highly oriented pyrolytic graphite. *J. Vac. Sci. Technol.*, B 11 (1993) 5, 1759 - 1765.
- [123] S. Franzka, K.-H. Zum Gahr: Microtribological studies of unlubricated sliding Si/Si contact in air using AFM/FFM. *Tribology Letters*, 2 (1996), 207 - 220.
- [124] J.P. Aime, Z. Elkaakour, S. Gauthier, D. Michel, T. Bouhacina, J. Curély: Role of the force of friction on curved surfaces in scanning force microscopy. *Surf. Sci.*, 329 (1995), 149 - 156.
- [125] N.A. Burnham, R.J. Colton, H.M. Pollock: Interpretation of force curves in force microscopy. *Nanotechnology*, 4 (1993), 64 - 80.
- [126] A.L. Weisenhorn, P.K. Hansma, T.R. Albrecht, C.F. Quate: Forces in atomic force microscopy in air and water. *Appl. Phys. Lett.*, 54 (1989) 26, 2651 - 2653.
- [127] M. Heuberger, G. Dietler, L. Schlapbach: Mapping the local Young's modulus by analysis of the elastic deformations occurring in atomic force microscopy. *Nanotechnology*, 5 (1994), 12 - 23.
- [128] R.M. Overney, H. Takano, M. Fujihira: Elastic compliances measured by atomic force microscope. *Europhys. Lett.*, 26 (1994) 6, 443 - 447.

- [129] P. Maivald, H.-J. Butt, S.A.C. Gould, C.B. Prater, B. Drake, J.A. Gurley, V.B. Elings, P.K. Hansma: Using force modulation to image surface elasticities with the atomic force microscope. *Nanotechnology*, 2 (1991), 103 - 106.
- [130] M. Sasaki, K. Hane, S. Okuma, Y. Bessho: Shape of the cantilever deflection for the atomic force microscope in force curve measurements. *Rev. Sci. Instrum.*, 65 (1994) 6, 1930 - 1934.
- [131] A.L. Weisenhorn, M. Khorsandi, S. Kasas, V. Gotzos, H.-J. Butt: Deformation and height anomaly of soft surfaces studied with an AFM. *Nanotechnology*, 4 (1993), 105 - 113.
- [132] N.A. Burnham, D.D. Dominguez, R.L. Mowery, R.J. Colton: Probing the surface forces of monolayer films with an atomic-force microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 64 (1990) 16, 1931 - 1934.
- [133] D.R. Lide (ed.): *Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press, Boca Raton, Florida, (1996).
- [134] F. Schmid, C.P. Khattak, D.M. Felt: Producing large sapphire for optical applications. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 73 (1994) 2, 39 - 44.
- [135] E. Weppelmann: Experimentelle Untersuchungen zum Verhalten von Randschichten keramischer Werkstoffe und Schichtsystemen unter mechanischer Beanspruchung durch Eindruckversuche. Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), Karlsruhe, (1996).
- [136] D.R. Baselt, S.M. Clark, M.G. Youngquist, C.F. Spence, J.D. Baldeschwieler: Digital signal processor control of scanned probe microscopes. *Rev. Sci. Instrum.*, 64 (1993) 7, 1874 - 1882.
- [137] DIN 4762: Oberflächenrauheit; Begriffe; Oberflächen und ihre Kenngrößen. Beuth Verlag, Berlin, (1989).
- [138] L. Reimer, G. Pfefferkorn: *Raster-Elektronenmikroskopie*. Springer-Verlag, Berlin, (1973).
- [139] W. Schäfer, G. Terlecki: *Halbleiterprüfung - Licht- und Rasterelektronenmikroskopie*. Hüting-Verlag, Heidelberg, (1986).
- [140] R.G. Horn, D.T. Smith, W. Haller: Surface forces and viscosity of water measured between silica sheets. *Chem. Phys. Lett.*, 162 (1989) 4-5, 404 - 408.
- [141] Y. Kim, T. Hsu: A reflection electron microscopic (REM) study of  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(0001) surfaces. *Surf. Sci.*, 258 (1991), 131 - 146.
- [142] T. Hsu, Y. Kim: Structure of the  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(1120) surfaces: facets and reconstruction. *Surf. Sci.*, 258 (1991), 119 - 130.
- [143] Y. Kim, T. Hsu: Study of  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(1102) (R) surfaces with the reflection electron microscopy (REM) technique. *Surf. Sci.*, 275 (1992), 339 - 350.
- [144] Z.L. Wang: Atomic step structures on cleaved  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(012) surfaces. *Surf. Sci.*, 271 (1992), 477 - 492.
- [145] L.-M. Peng, J.T. Czernuszka: Studies on the etching and annealing behaviour of  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(1012) surfaces by reflection electron microscopy. *Surf. Sci.*, 243 (1991), 210 - 218.
- [146] D.W. Susnitzky, C.B. Carter: Identification of  $\alpha$ -Alumina surface structures by electron diffraction. *J. Am. Ceram. Soc.*, 69 (1986) 9, C-217 - C-220.
- [147] M. Yoshimoto, T. Maeda, T. Ohnishi, H. Koinuma, O. Ishiyama, M. Miyamoto: Atomic-scale formation of ultrasoft surfaces on sapphire substrates for high-quality thin-film fabrication. *Appl. Phys. Lett.*, 67 (1995) 18, 2615 - 2617.
- [148] M.D. Antonik, R.J. Lad: Faceting, reconstruction, and defect microstructure at ceramic surfaces revealed by atomic force microscopy. *J. Vac. Sci. Technol.*, A 10 (1992) 4, 669 - 673.

- [149] H.G. Pedersen, J.W. Høj, J. Engell: Measuring forces between  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> surfaces using the atomic force microscopy. Proc. Fourth Euro Ceramics, Italy, Vol. 2 (1995), 31 - 38.
- [150] D.J. Keller, F.S. Franke: Envelope reconstruction of probe microscope images. Surf. Sci., 294 (1993), 409 - 419.
- [151] J. Vesenka, R. Miller, E. Henderson: Three-dimensional probe reconstruction for atomic force microscopy. Rev. Sci. Instrum., 65 (1994) 7, 2249 - 2251.
- [152] K.L. Westera, D.J. Thomson: Atomic force microscope tip radius needed for accurate imaging of thin film surfaces. J. Vac. Sci. Technol., B 12 (1994) 6, 3176 - 3181.
- [153] L. Montelius, J.O. Tegenfeldt, P. van Heeren: Direct observation of the atomic force microscopy tip using inverse atomic force microscopy imaging. J. Vac. Sci. Technol., B 12 (1994) 3, 2222 - 2226.
- [154] J.E. Griffith, D.A. Grigg, M.J. Vasile, P.E. Russell, E.A. Fitzgerald: Scanning probe metrology. J. Vac. Sci. Technol., A 10 (1992) 4, 674 - 679.
- [155] W. Gellert (Hrsg.): Kleine Enzyklopädie Mathematik. VEB Bibliographisches Institut, Leipzig, (1986).
- [156] H.-J. Butt, M. Jaschke: Calculation of thermal noise in atomic force microscopy. Nanotechnology, 6 (1995), 1 - 7.
- [157] J.L. Hutter, J. Bechhoefer: Calibration of atomic-force microscope tips. Rev. Sci. Instrum., 64 (1993) 7, 1868 - 1873.
- [158] J.P. Cleveland, S. Manne, D. Bocek, P.K. Hansma: A nondestructive method for determining the spring constant of cantilevers for scanning force microscopy. Rev. Sci. Instrum., 64 (1993) 2, 403 - 405.
- [159] T.J. Senden, W.A. Ducker: Experimental determination of spring constants in atomic force microscopy. Langmuir, 10 (1994) 4, 1003 - 1004.
- [160] D. Scholl, M.P. Everson, R.C. Jaklevic: In situ force calibration of high force constant atomic force microscope cantilevers. Rev. Sci. Instrum., 65 (1994) 7, 2255 - 2257.
- [161] C.T. Gibson, G.S. Watson, S. Myhra: Determination of the spring constants of probes for force microscopy/spectroscopy. Nanotechnology, 7 (1996), 259 - 262.
- [162] J.L. Hutter, J. Bechhoefer: Manipulation of van der Waals forces to improve image resolution in atomic-force microscopy. J. Appl. Phys., 73 (1993) 9, 4123 - 4129.
- [163] C. Girard, D. Van Labeke, J.M. Vigoureux: Van der Waals force between a spherical tip and a solid surface. Phys. Rev., B 40 (1989) 18, 12133 - 12139.
- [164] F.O. Goodman, N. Garcia: Roles of the attractive and repulsive forces in atomic-force microscopy. Phys. Rev., B 43 (1991) 6, 4728 - 4731.
- [165] U. Hartmann: Manifestation of zero-point quantum fluctuations in atomic force microscopy. Phys. Rev., B 42 (1990) 3, 1541 - 1546.
- [166] U. Hartmann: Van der Waals interactions between sharp probes and flat sample surfaces. Phys. Rev., B 43 (1991) 3, 2404 - 2407.
- [167] K.-T. Wan, D.T. Smith, B.R. Lawn: Fracture and contact adhesion energies of mica-mica, silica-silica, and mica-silica interfaces in dry and moist atmospheres. J. Am. Ceram. Soc., 75 (1992) 3, 667 - 676.
- [168] U. Hartmann: Theory of non-contact force microscopy. In: R. Wiesendanger, H.-J. Güntherodt (eds.): Scanning Tunneling Microscopy III. Springer Series in Surface Science Bd. 29, (1994), 293 - 360.
- [169] L. Olsson, P. Tengvall, R. Wigren, R. Erlandsson: Interaction forces between a tungsten tip and methylated SiO<sub>2</sub> surfaces studied with scanning force microscopy. Ultramicroscopy, 42-44 (1992), 73 - 79.

- [170] G.S. Blackman, C.M. Mate, M.R. Philpott: Interaction forces of a sharp tungsten tip with molecular film on silicon surface. *Phys. Rev. Lett.*, 65 (1990) 18, 2270 - 2273.
- [171] J.N. Israelachvili: Adhesion forces between surfaces in liquids and condensable vapours. *Surf. Sci. Rep.*, 14 (1992), 109 - 159.
- [172] T. Thundat, X.-Y. Zheng, G.Y. Chen, S.L. Sharp, R.J. Warmack, L.J. Schowalter: Characterization of atomic force microscope tips by adhesion force measurements. *Appl. Phys. Lett.*, 63 (1993) 15, 2150 - 2152.
- [173] T. Thundat, X.-Y. Zheng, G.Y. Chen, R.J. Warmack: Role of relative humidity in atomic force microscopy imaging. *Surf. Sci. Lett.*, 294 (1993), L939 - L943.
- [174] J. Hu, X.-d. Xiao, D.F. Ogletree, M. Salmeron: Atomic scale friction and wear of mica. *Surf. Sci.*, 337 (1995), 358 - 370.
- [175] Y. Sugawara, M. Ohta, T. Konishi, S. Morita, M. Suzuki, Y. Enomoto: Effects of humidity and tip radius on the adhesive force measured with atomic force microscopy. *Wear*, 168 (1993), 13 - 16.
- [176] J.-A. Ruan, B. Bhushan: Atomic-scale friction measurements using friction force microscopy: Part II - Application to magnetic media. *ASME J. Tribol.*, 116 (1994) 4, 389 - 396.
- [177] X. Liu, S.T. Smith, D.G. Chetwynd: Frictional forces between a diamond stylus and specimens at low loads. *Wear*, 157 (1992), 279 - 294.
- [178] C. Weißmantel (Hrsg.): *Kleine Enzyklopädie Struktur der Materie*. VEB Bibliographisches Institut, Leipzig, (1982).
- [179] F.P. Bowden, F.R.S. Throssell, W.R. Throssell: Adsorption of water vapour on solid surfaces. *Proc. R. Soc. Lond.*, A 209 (1951), 297 - 308.
- [180] R.J. Warmack, X.-Y. Zheng, T. Thundat, D.P. Allison: Friction effects in the deflection of atomic force microscope cantilevers. *Rev. Sci. Instrum.*, 65 (1994) 2, 394 - 399.
- [181] F.B. Bowden, D. Tabor: *Reibung und Schmierung fester Körper*. Springer-Verlag, Berlin, (1959).
- [182] J.F. Archard: Contact and rubbing of flat surfaces. *J. Appl. Phys.*, 24 (1953) 8, 981 - 988.
- [183] S.K.R. Chowdhury, P. Ghosh: Adhesion and adhesional friction at the contact between solids. *Wear*, 174 (1994), 9 - 19.
- [184] B.J. Briscoe, D.C.B. Evans: The shear properties of Langmuir-Blodgett layers. *Proc. R. Soc. Lond.*, A 380 (1982), 389 - 407.
- [185] I.L. Singer, R.N. Bolster, J. Wegand, S. Fayeulle, B.C. Stupp: Hertzian stress contribution to low friction behavior of thin MoS<sub>2</sub> coatings. *Appl. Phys. Lett.*, 57 (1990) 10, 995 - 997.
- [186] E. Hornbogen: Trockene Reibung. In: K.-H. Zum Gahr (Hrsg.): *Reibung und Verschleiß bei metallischen und nichtmetallischen Werkstoffen*. DGM Informationsgesellschaft, Oberursel, (1989), 49 - 64.
- [187] D. Mende, G. Simon: *Physik - Gleichungen und Tabellen*. VEB Fachbuchverlag, Leipzig, (1988).
- [188] A. Petzold (Hrsg.): *Physikalische Chemie der Silicate und nichtoxidischen Siliciumverbindungen*. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, (1991).
- [189] T.A. Michalske, S.W. Freiman: A molecular mechanism for stress corrosion in vitreous silica. *J. Am. Ceram. Soc.*, 66 (1983) 4, 284 - 288.

- [190] K. Mizuhara, S.M. Hsu: Tribochemical reactions of oxygen and water on silicon surfaces. In: D. Dowson et al. (eds.): *Wear Particles*. Elsevier, New York, (1992), 323 - 328.
- [191] S. Sasaki: Ceramics and environment - water. *Jpn. J. Trib.*, 34 (1989) 2, 161 - 169.
- [192] B. Hader, O. Weis: Superpolishing sapphire: A method to produce atomically flat and damage free surfaces. *Surf. Sci.*, 220 (1989), 118 - 130.
- [193] J. Werner, O. Weis: Wear residue from polishing sapphire with silica aquasol on a tin lap. *Wear*, 176 (1994), 239 - 245.
- [194] H.-J. Butt: Measuring electrostatic, van der Waals, and hydration forces in electrolyte solutions with an atomic force microscope. *Biophys. J.*, 60 (1991) 12, 1438 - 1444.
- [195] H.-J. Butt: Electrostatic interaction in atomic force microscopy. *Biophys. J.*, 60 (1991) 10, 777 - 785.
- [196] D.R. Clarke: The forces acting between ceramic surface. *Proc. Fourth Euro Ceramics, Italy, Vol. 3* (1995), 337 - 342.
- [197] R.S. Gates, S.M. Hsu, E.E. Klaus: Tribochemical mechanism of alumina with water. *Trib. Transactions*, 32 (1989) 3, 357 - 363.
- [198] J.K. Lancaster: A review of the influence of environmental humidity and water on the friction, lubrication and wear. *Trib. Inter.*, 23 (1990), 371 - 389.
- [199] M.G. Gee: The formation of aluminium hydroxide in the sliding wear of alumina. *Wear*, 153 (1992), 201 - 227.
- [200] S.V. Hainsworth, T.F. Page: Nanoindentation studies of the chemomechanical effect in sapphire. *J. Mat. Sci.*, 29 (1994), 5529 - 5540.
- [201] J.T. Czernuszka, T.F. Page: Characterizing the surface contact behaviour of ceramics. Part 2: Chemo-mechanical effects. *J. Mat. Sci.*, 22 (1987), 3917 - 3923.
- [202] S.J. Bull, T.F. Page: Chemomechanical effects in ion-implanted MgO. *Appl. Phys.*, 22 (1989), 941 - 947.
- [203] E. Meyer, R. Overney, D. Brodbeck, L. Howald, R. Lüthi, J. Frommer, H.-J. Güntherodt: Friction and wear of Langmuir-Blodgett films observed by friction force microscopy. *Phys. Rev. Lett.*, 69 (1992) 12, 1777 - 1780.
- [204] J. Rädler, M. Radmacher, H.E. Gaub: Velocity-dependent forces in atomic force microscopy imaging of lipid films. *Langmuir*, 10 (1994) 9, 3111 - 3115.
- [205] G. Haugstad, W.L. Gladfelter, E.B. Weberg, R.T. Weberg, R.R. Jones: Friction force microscopy as a probe of molecular relaxation on polymer surfaces. *Tribology Letters*, 1 (1995), 253 - 264.
- [206] M.L. Gee, P.M. McGuiggan, J.N. Israelachvili: Liquid to solidlike transitions of molecularly thin films under shear. *J. Chem. Phys.*, 93 (1990) 3, 1895 - 1906.
- [207] S. Granick: Motions and relaxations of confined liquids. *Science*, 253 (1991) 9, 1374 - 1379.
- [208] H. Yoshizawa, Y.-L. Chen, J. Israelachvili: Recent advances in molecular level understanding of adhesion, friction and lubrication. *Wear*, 168 (1993), 161 - 166.
- [209] H. Yoshizawa, J. Israelachvili: Fundamental mechanisms of interfacial friction. 2. Stick-slip friction and chain molecules. *J. Phys. Chem.*, 97 (1993), 11300 - 11313.

Steffen Franzka  
D-15913 Birkenhainchen 4

Druck und Bindung: DRUCKEREI ERNST GRÄSSER  
76131 Karlsruhe • Humboldtstraße 1 • Tel. 0721/615050  
<http://www.druckerei-graesser.com>  
email [info@druckerei-graesser.com](mailto:info@druckerei-graesser.com)