

# Hochauflösende Abbildung von Oberflächensteifigkeiten mittels Ultraschall-Kraftmikroskopie

U. Rabe, S. Amelio, S. Hirsekorn und W. Arnold  
 Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren (IZFP),  
 Universität, Geb. 37, 66123 Saarbrücken

Unter Ultraschall-Kraftmikroskopie (AFAM für "Atomic Force Acoustic Microscopy") versteht man Techniken, bei denen Ultraschallwellen in der Probe und in der mikroskopischen Blattfeder des Kraftmikroskops angeregt werden. AFAM kann auch als eine spezielle Form dynamischer Kraftmikroskopie angesehen werden, bei der ein größeres Frequenzspektrum von Federbalkenschwingungen, nämlich im Bereich von einigen 10 kHz bis MHz, ausgewertet wird als bei anderen Techniken wie z. B. der "Force Modulation Mode". Die Sensorspitze wird mit einer voreingestellten statischen Auflagekraft auf die Probenoberfläche aufgesetzt. Die Steifigkeit dieses mechanischen Kontakts hängt von der Geometrie und von den physikalischen Kräften zwischen Spitze und Probe ab. Maßgeblich fließen die elastischen Konstanten in die Kontaktsteifigkeit ein. Theoretisch und experimentell wird gezeigt, dass das Schwingungsspektrum des Federbalkens von der Kontaktsteifigkeit abhängt. Dies wird in der sogenannten Kontaktresonanz-Spektroskopie genutzt, um Steifigkeitsbilder von Oberflächen mit nanometrischer Auflösung zu erhalten und um mittels einer Referenzprobe lokale elastische Konstanten von Oberflächen quantitativ zu ermitteln. Anisotrope Werkstoffe können durch einen Indentations-Modul beschrieben werden, der auch bei nanoindentierenden Techniken zur Berechnung der Kontaktsteifigkeit verwandt wird. Mit der AFAM können ferroelektrische Domänen in Blei-Zirkonat-Titanat(PZT)-Keramiken abgebildet und Elastizitäten dünner Schichten untersucht werden. Beispiele hierfür werden gezeigt.

## 1. Einleitung

Werden Werkstoffe und Komponenten in Längenskalen kleiner als 100 nm strukturiert, eröffnet dies eine Vielzahl neuer Möglichkeiten. Zum Beispiel können durch nanoskalige Strukturierung mechanische, optische oder elektrische Eigenschaften gezielt beeinflusst und so hochfunktionelle Systeme auf kleinstem Raum integriert werden. Die Verkleinerung des Maßstabs vom Mikrometer- in den Nanometerbereich bedeutet, dass neue Technologien entwickelt werden müssen, da z.B. auf nm-Skala Quanteneffekte wirksam werden können oder Adhäsionskräfte gegenüber der Schwerkraft an Bedeutung gewinnen. Der Übergang von einer Mikrotechnologie zu einer Nanotechnologie schafft daher auch einen Bedarf an entsprechenden Analyse- und Prüfmethoden. Die elastischen Eigenschaften von nanostrukturierten Systemen, wie zum Beispiel Schichten mit Dicken von nur 100 nm oder darunter, können von den makroskopischen Werten erheblich abweichen. Grenzflächen und Oberflächen haben in nanoskaligen Materialien einen großen Einfluss. Nur wenige Verfahren sind bekannt, mit denen elastische Konstanten an nanoskaligen Bauteilen gemessen werden können. Über die Dispersion von akustischen Oberflächenwellen kann der E-Modul dünner Schichten bestimmt werden, wenn die Schichtdicke bekannt ist [1], auch Brillouinspektroskopie kann an dünnen Schichten eingesetzt werden [2]. Diese Verfahren ermöglichen jedoch keine laterale Auflösung im nm-Bereich. Ein Verfahren, das zugleich eine hohe laterale und vertikale räumliche Auflösung bietet, ist der Nanoindenter [3, 4]. Hier wird eine miniaturisierte Diamantspitze unter kontrollierter Last in die Oberfläche gedrückt

und wieder zurückgezogen. Die gemessene Eindringtiefe wird als Funktion der Kraft (maximal wenige  $\mu\text{N}$ ) aufgetragen. Obwohl der Nanoindenter in erster Linie ein Härtemessgerät ist, können aus den Entlastungskurven Elastizitäten bestimmt werden. Nachteile dieser Technik sind, dass sie nicht zerstörungsfrei ist und dass das getestete Mindestvolumen (ca. 100 nm laterale und vertikale Auflösung) in nm-Maßstab noch relativ groß ist.

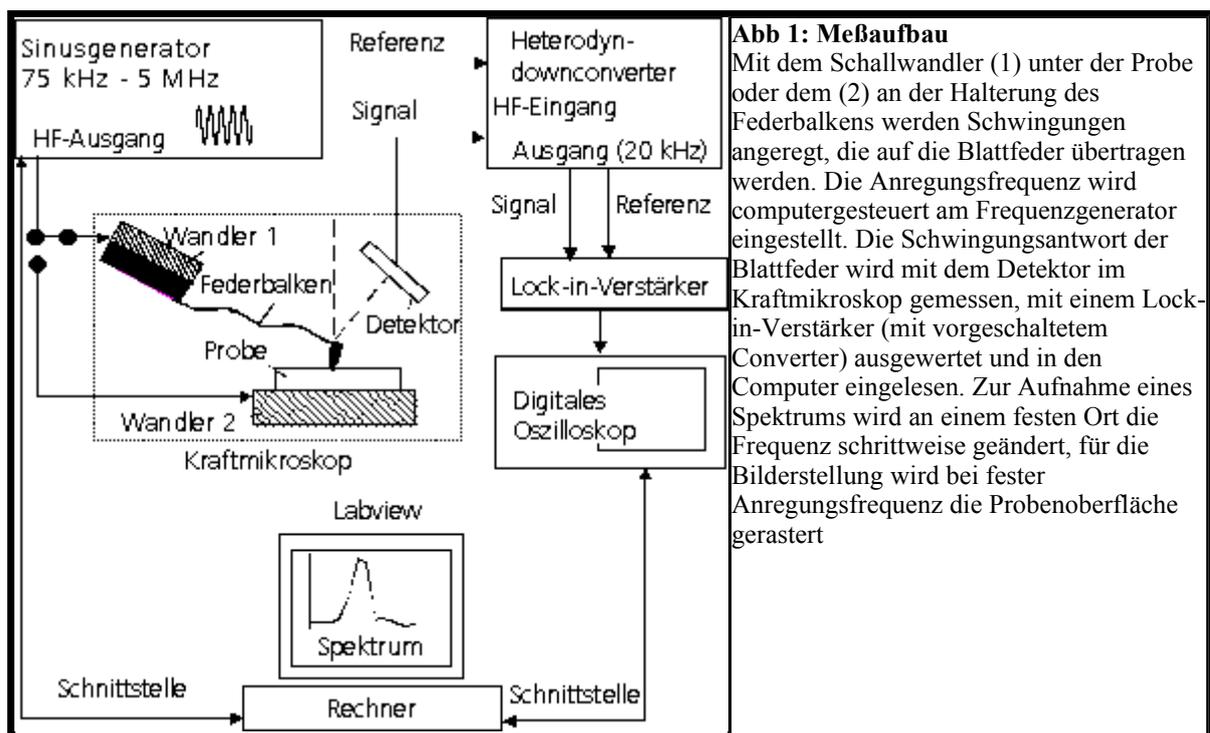
Rastersondenverfahren [5], zu denen auch die Kraftmikroskopie [6] gehört, gehören zu den wichtigsten Analysemethoden der Nanotechnik. Im Kraftmikroskop ist eine Sensorspitze an einer miniaturisierten Blattfeder von 100 bis 400  $\mu\text{m}$  Länge befestigt. Nähert sich die Sensorspitze einer Oberfläche, so bewirken die verschiedenen physikalischen Kräfte zwischen Spitze und Oberfläche, dass die Blattfeder sich auslenkt. Diese Auslenkung wird mit einem optischen Lichtzeiger gemessen. Mit Hilfe piezoelektrischer Stellglieder wird die Probenoberfläche abgerastert. Mit einer Regelschleife kann die Blattfederauslenkung während des Rasterns auf einem vorher eingestellten Wert gehalten werden. Ist die Sensorspitze mit geringen Auflagekräften in Kontakt mit der Probenoberfläche, so dass leicht abstoßende Kräfte herrschen, kann auf diese Weise die Topografie einer Oberfläche abgebildet werden. Andererseits können bei entsprechender Wahl von steifen Federbalken mit Diamantspitzen und hohen Auflagekräften auch Indentationsexperimente mit einem Kraftmikroskop durchgeführt werden [7].

Die Auflagekräfte, die bei der hier vorgestellten Ultraschall-Kraftmikroskopie gewählt werden, sind mit einigen 100 nN höher als die bei der Topografiemessung. Die hohen Auflagekräfte bewirken, dass in der Kontaktfläche elastische Rückstellkräfte dominieren. Andererseits werden die Auflagekräfte so gering gehalten, dass keine plastische Verformung der Oberfläche auftritt. Im Gegensatz zu den quasistatischen Indentertechniken werden die Kontaktkräfte ferner dynamisch gemessen, indem das Schwingungsverhalten des Kraftmikroskop-Federbalkens ausgewertet wird. Dynamische Betriebsarten, bei denen die Blattfeder in Schwingung versetzt wird, haben in der Rasterkraftmikroskopie in steigendem Maße an Bedeutung gewonnen, weil mit Ihrer Hilfe empfindliche Proben ohne Beschädigung abgebildet und aus Amplitude und Phase der Blattfederschwingung neben der Oberflächentopografie auch physikalische Eigenschaften der Probenoberfläche abgeleitet werden können. Beispiele für solche Techniken sind Force Modulation Mode [8], Pulsed Force Mode [9] und die Ultraschall-Kraftmikroskopie [10, 11]. Viele der dynamischen Techniken arbeiten bei der untersten Biege-Resonanzfrequenz der Blattfeder, die meist im Bereich zwischen einigen 10 kHz und einigen 100 kHz und damit im Ultraschallbereich liegen. Die hier behandelte Ultraschalltechnik, die Kontaktresonanz-Spektroskopie, zeichnet sich dadurch aus, dass der Federbalken nicht nur als harmonischer Oszillator mit einer einzigen Resonanzfrequenz betrachtet wird, sondern seine Schwingungsmoden vom Standpunkt der Akustik aus möglichst vollständig modelliert werden. Wie im folgenden gezeigt wird, ändern die Wechselwirkungskräfte zwischen der Sensorspitze und der Probenoberfläche die mechanischen Randbedingungen unter denen die Blattfeder schwingt und damit die Resonanzfrequenzen des Systems. Dies kann genutzt werden, um quantitativ und lokal hochauflösend die Kontaktsteifigkeit und damit elastische Konstanten einer Probenoberfläche zu bestimmen und um Steifigkeitsbilder aufzunehmen. Die laterale Auflösung ergibt sich aus dem Kontaktradius zwischen der Sensorspitze und der Probe, der je nach Form und Größe der Spitze einige nm bis einige 10 nm beträgt.

## **2. Experimenteller Aufbau**

Die Resonanzfrequenzen eines Federbalkens werden mit dem in der Abb. 1 schematisch gezeigten Meßaufbau, eine Erweiterung des kommerziell erhältlichen AFM (Dimension 3000, Digital Instruments, Santa Barbara, CA), bestimmt. Ein Funktionsgenerator erzeugt sinusförmige Dauerstrichsignale, die entweder einen Ultraschall-Prüfkopf unter der Probe

[10], oder einen Piezo-Wandler in der Halterung des Federbalkens [11] anregen. Die Schwingungsantwort des Federbalkens wird mit dem internen Positionsdetektor des Dimension 3000 gemessen. Das Signal wird mit einem "Heterodyne-Downconverter", der zusätzlich ein Referenzsignal vom Frequenzgenerator erhält, auf die Festfrequenz 20 kHz herabgemischt und anschließend mit einem Lock-in-Verstärker ausgewertet. Das resultierende analoge DC-Ausgangssignal geht an ein digitales Oszilloskop. Ein auf Labview (Labview, National Instruments, Austin, Texas, USA) basierendes Programm erlaubt die gleichzeitige Kontrolle von Frequenzgenerator und Oszilloskop. Die Frequenz des Anregungssignals wird rechnergesteuert schrittweise verändert, das Lock-in-Ausgangssignal bei gegebener Frequenz eingelesen und schließlich die Amplitude der Blattfederschwingung als Funktion der Frequenz abgespeichert. Der Frequenzbereich, in dem gemessen wird, und die Schrittweite sind innerhalb des Meßbereiches von einigen kHz bis 3 MHz frei wählbar. Abhängig von der Breite der Resonanzkurven wurden Schrittweiten zwischen 1 Hz und 2 kHz benutzt.

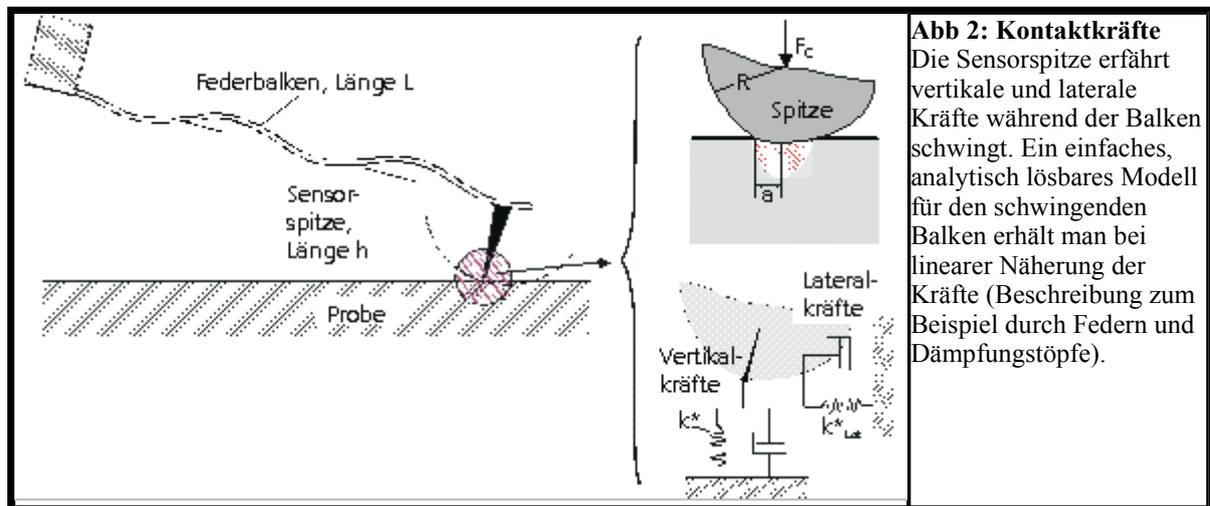


### 3. Theoretischer Hintergrund

Der miniaturisierte Federbalken im Kraftmikroskop kann als kleiner mechanischer Balken aufgefaßt werden, der eine unendliche Anzahl von Biege-Eigenresonanzen mit aufsteigender Frequenz hat [10]. Ohne Probenkontakt kann der Balken als einseitig frei und einseitig fest eingespannt angesehen werden. Kommt die Sensorspitze in Kontakt mit einer Probenoberfläche, bewirken die Kräfte auf die Sensorspitze, dass sich die mechanischen Randbedingungen des Balkens am ehemals freien Ende ändern. Die Eigenresonanzfrequenzen des Federbalkens verschieben sich daher und zwar bei abstoßenden Kräften im Kontaktmodus in der Regel zu höheren Werten hin. Aus der Verschiebung der Eigenresonanzfrequenzen des Balkens kann die Kontaktsteifigkeit zwischen Sensorspitze und Probe und daraus wiederum bei Annahme eines Kraftgesetzes der Elastizitätsmodul der Probenoberfläche berechnet werden. Voraussetzung ist, dass die Materialparameter und die geometrischen Daten der Blattfeder hinreichend genau bekannt sind.

Im Kontakt wirken laterale [12] und vertikale Kräfte auf die Spitze. Beide Anteile sind nichtlineare Funktionen des Abstandes zwischen Spitze und Oberfläche und können als eine Summe über verschiedene physikalische Kräfte aufgefasst werden. Benutzt man Blattfedern

mit einer kleinen Federkonstanten, hat dies den Nachteil, dass die Adhäsionskräfte, die Werte bis zu  $5 \times 10^{-8}$  N erreichen können, die Kräfte, die die Blattfeder ausübt, um eine Größenordnung übersteigen, so dass die statische Auflagekraft nicht kontrolliert eingestellt werden kann. Für die Kontaktspektroskopie werden deshalb steife Blattfedern mit Federkonstanten um 40 N/m verwendet, mit denen Kräfte von mehreren 100 nN ausgeübt werden können. Dies erlaubt eine Kontrolle der statischen Kraft durch Änderung der Blattfederauslenkung.



**Abb 2: Kontaktkräfte**  
Die Sensorspitze erfährt vertikale und laterale Kräfte während der Balkenschwingung. Ein einfaches, analytisch lösbares Modell für den schwingenden Balken erhält man bei linearer Näherung der Kräfte (Beschreibung zum Beispiel durch Federn und Dämpfungstöpfe).

Für kleine Schwingungsamplituden, etwa 0,1 nm, kann die Wechselwirkung zwischen Spitze und Oberfläche linear genähert und durch vertikale und laterale Feder-Topfsysteme (Abb. 2) ersetzt werden.  $k^*$  und  $\gamma$  sind die vertikale,  $k^*_{lat}$  und  $\gamma_{lat}$  die laterale Kontaktsteifigkeit und Dämpfungskonstante. Die charakteristische Gleichung für die Schwingungen der Blattfeder, aus der die Kontaktsteifigkeiten  $k^*$  und  $k^*_{lat}$  abgeleitet werden können, wird im Detail in [10, 11] diskutiert. Wenn die genaue Lage der Spitze, der Winkel zwischen Blattfeder und Oberfläche und alle anderen geometrischen Parameter bekannt wären, ließen sich sowohl die vertikale und laterale Steifigkeit als auch die Dämpfungskonstanten aus der Position der Resonanzmaxima, den Breiten der Resonanzkurven und unter Einbeziehung der Torsionsschwingungen bestimmen. Jedoch weichen die meisten geometrischen Daten innerhalb eines Loses von kommerziell erhältlichen Blattfedern erheblich voneinander ab. Durch zahlreiche Messungen wurde ermittelt, dass die Lage der Spitze mehr als die anderen Parameter das Messergebnis beeinflusst. Deshalb wird zur Zeit noch ein vereinfachtes Modell benutzt, in dem  $\gamma$  und  $\gamma_{lat}$  und häufig auch  $k^*_{lat}$  vernachlässigt werden.  $k^*$  und  $k^*_{lat}$  können umso genauer bestimmt werden, je mehr Moden des Federbalkens gemessen werden können. Mindestens zwei Kontaktresonanzfrequenzen sind für die quantitative Auswertung der in der Spektroskopie erforderlich [13]. Die freien Resonanzfrequenzen werden zur Bestimmung unbekannter geometrischer Daten des Balkens gemessen und ausgewertet.

Um  $k^*$  und  $k^*_{lat}$  mit der Elastizität der Oberfläche in Beziehung setzen zu können muss ein Kraftgesetz angenommen werden, das die Kräfte als Funktion der statischen Auflagekraft beschreibt. Vereinfachend kann zunächst die Spitze als Kugel und die Oberfläche der Probe als eben betrachtet werden. Die Kontaktsteifigkeit  $k^*$  ist die Ableitung der Kraftkurve im Arbeitspunkt und dann nach der Hertzchen Pressung zwischen einer flachen Probe und einer runden Spitze durch

$$-\left. \frac{\partial F_H}{\partial z} \right|_{z=z_e} = k^* = \sqrt[3]{6E^*{}^2 R F_N} \quad (1)$$

gegeben [14]. Der Kontaktradius beträgt  $a = \sqrt[3]{3F_N R / 4E^*}$ , R ist der Radius der Spitze.

Weiter ist

$1/E^* = (1-\nu_t^2)/E_t + (1-\nu_s^2)/E_s$  der inverse reduzierte Youngsche Modul des Kontaktes,  $E_t, E_s,$

$\nu_t, \nu_s$  sind die Youngschen Moduln und die Poissonzahlen der Spitze und der Probe. Gl. (5)

zeigt, dass  $k^*$  als Funktion der statischen Kraft  $F_C$  ansteigt.  $F_C$  ist durch die statische

Blattfederauslenkung  $\Delta z$  gegeben ( $F_c = k_c \Delta z$ ). Wie man sieht, kann über das Hertzsche

Modell eine Beziehung zwischen den elastischen Konstanten der Probenoberfläche und der

Kontaktsteifigkeit  $k^*$  hergestellt werden. Die laterale Kontaktsteifigkeit  $k^*_{lat}$  in einem

Hertzchen Kontakt ist ungefähr  $0,8 k^*$  [12,14]. Die hohen Auflagekräfte haben den Nachteil,

dass die Spitze leicht verformt werden kann. Dies gilt insbesondere für die in der

Kraftmikroskopie üblichen Spitzen aus einkristallinem Silizium. Kräfte dieser Größenordnung

ausgeübt auf eine Spitze mit einem Anfangsradius von 10 nm erzeugen Drücke, die der

Festigkeit des Materials der Spitze nahe kommen [15], so dass sich i.a. die Spitzenform

während des Gebrauchs ändert und von der Kugelform abweicht. Es wurde jedoch gezeigt,

dass die Beziehung  $E^* = k^*/2a$ , die sich aus dem Hertzschen Modell ergibt, weiterhin gilt,

solange die Spitze rotationssymmetrisch um eine Achse senkrecht zur Probenoberfläche bleibt

[3]. Ferner ist zu beachten, dass das Hertzsche Modell in der in Gl. (1) angegebenen

Formulierung nur für isotrope Festkörper gilt. Ein typischer Kontaktradius in der

Kraftmikroskopie beträgt einige nm bis einige 10 nm. Viele makroskopisch isotrope

polykristalline Materialien sind daher für das Kraftmikroskop anisotrop, da die Sensor Spitze

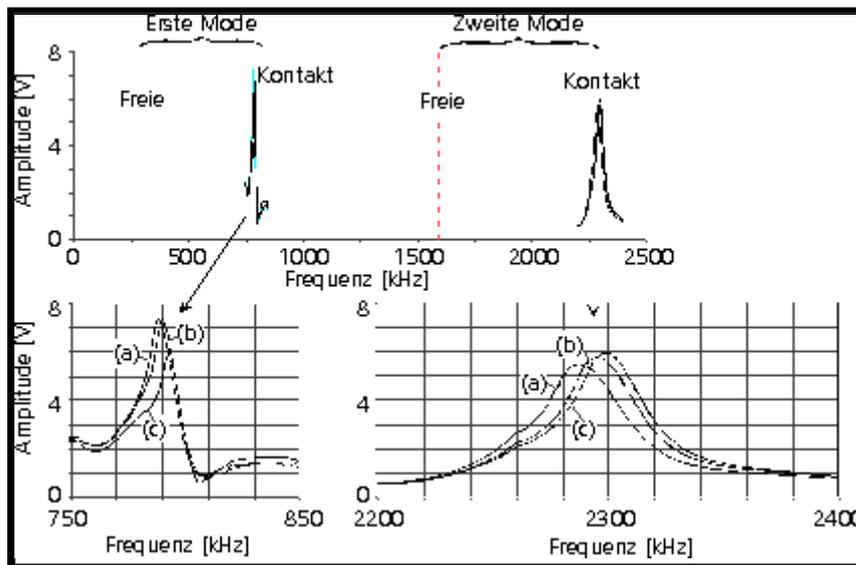
nur einen Bereich in einem einzelnen Korn des Ensembles berührt. Solange gewisse

Symmetrien erhalten bleiben, gilt jedoch das Hertzsche Gesetz auch in diesem Fall, wenn die

reduzierten elastischen Konstanten des isotropen Festkörpers  $E/(1-\nu^2)$  durch einen

Indentations-Modul M ersetzt werden [16,17].

#### 4. Anwendungsbeispiele



**Abb 3: Resonanzspektren einer PZT-Keramik.**

Die freien Resonanzfrequenzen des Federbalkens sind als gestrichelte Linien eingezeichnet. Im Kontakt mit der Probe verschoben sich die Resonanzen der beiden hier gezeigten Moden mit der statischen Auflagekraft zunehmend zu höheren Frequenzen ((a) - (c)).

Abb. 3 zeigt die mit der beschriebenen Meßanordnung aufgenommenen ersten beiden Kontaktresonanzen einer Blattfeder bei Kontakt mit einer PZT-Keramik-Probe sowie die entsprechenden freien Resonanzfrequenzen. Die Abmessungen der Blattfeder waren  $120 \times 30 \times 2,8 \mu\text{m}^3$  (Länge  $\times$  Breite  $\times$  Dicke), die Federkonstante betrug  $42 \text{ N/m}$ . Aus der Abbildung ist zu ersehen, dass sich die Resonanzen mit zunehmender Kontaktkraft zu höheren Frequenzen nach oben verschieben. Die statische Kraft betrug  $420 \text{ nN}$  (a),  $840 \text{ nN}$  (b) bzw.  $1260 \text{ nN}$  (c). Außerdem hängt die Verschiebung der Resonanzen von ihrer Modenzahl (hier  $n = 1, 2$ ) ab.

Das liegt an der Tatsache, dass die mechanische Impedanz der Blattfeder mit der Spitze für die verschiedenen Moden unterschiedlich ist, so dass diese mit unterschiedlicher Empfindlichkeit auf Änderungen in der Kontaktsteifigkeit untersuchter Werkstoffe reagieren [18].

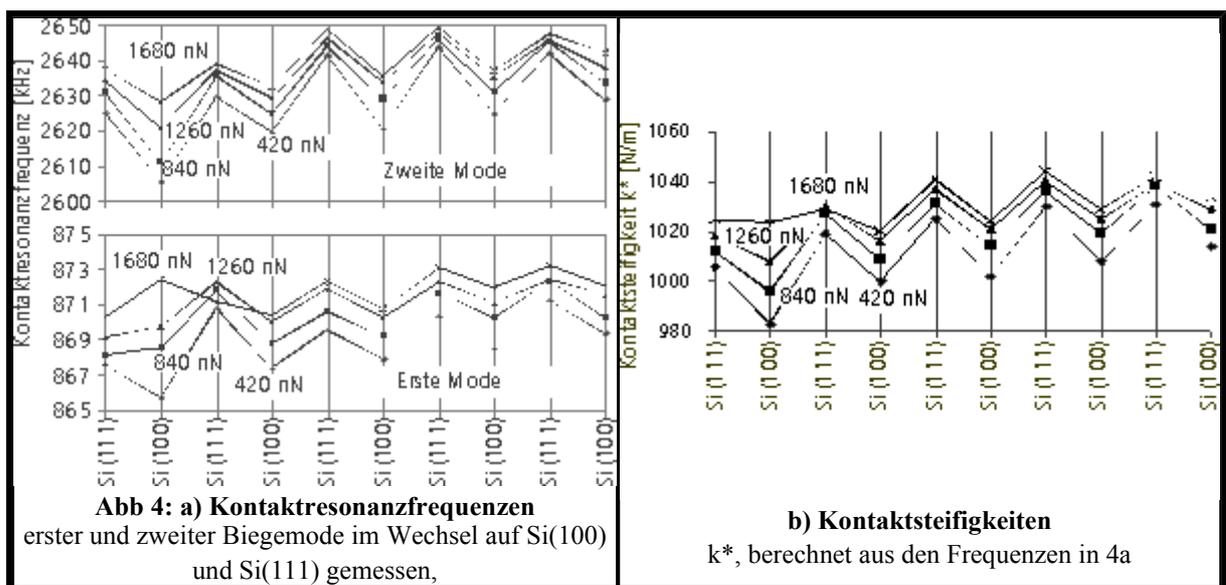
Da die wahre Form der Spitze nicht mit genügender Präzision bekannt ist, verwenden wir Proben aus polierten Silizium-Einkristallscheiben zur Kalibrierung. Der Youngsche Modul und die Poissonzahl von Silizium sowie die Indentations-Moduln sind in allen kristallografischen Richtungen bekannt, hier  $E_{Si[100]} = 130 \text{ GPa}$ ,  $\nu_{Si[100]} = 0.181$ ,  $M_{Si[100]} = 165 \text{ GPa}$ . Unmittelbar vor und nach der Aufnahme von Kontaktresonanzen auf der unbekannt Probe werden mit der gleichen Sensorspitze und bei gleicher statischer Auslenkung Kontaktspektren auf Silizium aufgenommen. Typischerweise werden die Kontaktfrequenzen für die ersten drei Moden bei drei verschiedenen statischen Kräften gespeichert. Aus den Messungen von  $k^*_{Ref}$  auf der Kalibrierprobe kann nach dem Hertzschen Modell (Gl. 1) ein Wert für den Spitzenradius  $R$  berechnet werden. Dieser effektive Radius wird dann benutzt, um ebenfalls mit Gl. (1)  $E^*$  auf der unbekannt Probe, hier PZT, zu bestimmen. Sind die Auflagekräfte auf beiden Proben gleich, ergibt sich

$$E^* = E^*_{Ref} \cdot \sqrt{k^*{}^3 / k^*_{Ref}{}^3} \tag{2}$$

Da die Sensorspitzen, wie bereits diskutiert, häufig bei den Messungen plastisch verformt werden oder sogar abbrechen, wird in vielen Fällen beobachtet, dass sich aus Gl. (1) anstatt eines einzigen Wertes unterschiedliche Spitzenradien für verschiedene statische Auflagekräfte ergeben, d.h. dann gilt Gl. (1) nicht. Im Grenzfall kann angenommen werden, dass die Spitze kein kugelförmiges, sondern ein flaches Ende hatte. Dann ist der Kontaktradius gleich dem Spitzenradius  $a = R$  und es gilt

$$E^* = E^*_{Ref} \cdot k^* / k^*_{Ref} \tag{3}$$

Die Gleichungen (2) und (3) geben obere und untere Grenzwerte für die reduzierten Moduln der untersuchten der Proben an.



Indentationsmodul M Theorie	Nanoindenter M	$M_{AFAM}$ , Auswertung nach Gl.(2)	$M_{AFAM}$ , Auswertung nach Gl. (3)
--------------------------------	----------------	--	---

Si (100)	165 GPa	177±9 GPa	-	-
Si (111)	175 GPa	187±8 GPa	174±2 GPa	171±1 GPa

Tabelle 1: Die theoretischen Werte wurden aus den elastischen Einkristall-Konstanten von Silizium ( $c_{11} = 166$  GPa,  $c_{12} = 63.9$  GPa, and  $c_{44} = 79.6$  GPa) berechnet [19]. Die Nanoindenter-Werte sind Mittelwerte aus 7 bzw. 4 Einzelmessungen

Abb. 4 zeigt das Ergebnis alternierender Messungen auf einer Silizium-(100)- und einer Silizium-(111)-Oberfläche. In Abb. 4 a sind die Kontaktresonanzfrequenzen der ersten und zweiten Mode für verschiedene Auflagekräfte aufgetragen. Im Mittel nehmen die Resonanzfrequenzen wegen der Verrundung der Spitze leicht zu. Dennoch ist ein reproduzierbarer Unterschied zwischen Si(100) und Si(111) zu erkennen. Abb. 4b zeigt die aus den gemessenen Kontaktresonanzfrequenzen berechneten Kontaktsteifigkeiten  $k^*$ . Für die quantitative Auswertung der Messung wurde Si(100) als Kalibrationsprobe betrachtet. Mit Hilfe der Gln. (2) und (3) wurde aus den Kontaktsteifigkeiten ein oberer und ein unterer Grenzwert für den Indentations-Modul von Si(111) bestimmt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Mit dem beschriebenen Messaufbau wurden Oberflächen von Piezo-Keramiken abgebildet. Die akustischen Bilder enthalten deutlich mehr Informationen als die entsprechenden Topografieaufnahmen (Abb. 5a). In einigen Bildern konnte aufgrund der Form der Unterstrukturen in den Körnern (typische lamellenartige Anordnung für Domänen in tetragonalen Kristalliten) der Kontrast eindeutig den ferroelektrischen Domänen zugeordnet werden. Die verschiedenen Grauwerte im Ultraschallbild werden durch Elastizitätsunterschiede verursacht (Abb. 5b). Messbaren Kontrast in den Bildern erhält man nur mit Frequenzen in der Nähe einer Kontaktresonanz. Beim Übergang von Frequenzen unterhalb zu solchen oberhalb der Resonanzfrequenz ist eine Kontrastinversion zu beobachten. Wenn man von einem elastischen Beitrag zum Kontrast ausgeht, ist dies auch zu erwarten, da die Steigung der Resonanzkurve unterhalb der Resonanzfrequenz positiv und oberhalb negativ ist.

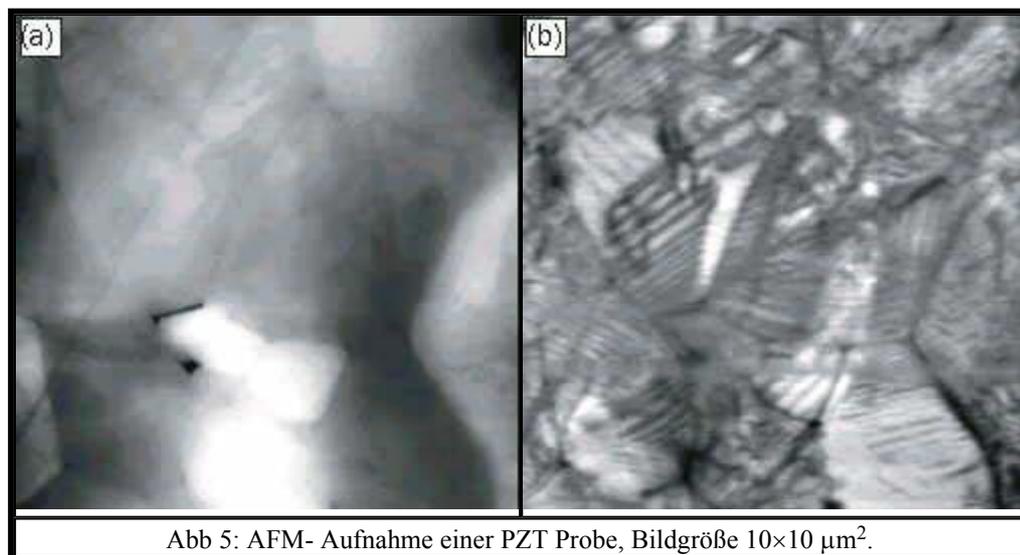


Abb 5: AFM- Aufnahme einer PZT Probe, Bildgröße  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ .

Links: Topografie-Bild. Die Grauwertskala umfasst einen Bereich von 20 nm. Rechts: Abbildung der Domänen durch Registrierung der Amplitude in der Nähe einer Kontaktresonanz. Die Aufnahme Frequenz betrug 698 kHz, 0.5 kHz über der Kontaktresonanz. Die freie Resonanz betrug 162 kHz, die Blattfederkonstante 41 N/m.

Die Auswertung der Kontaktresonanzen an zwei verschiedenen Stellen auf PZT unter Beachtung der oben genannten Kalibrierschritte ergab Werte für den Youngschen Modul von

106.5 ± 14 GPa bei Position 1 und 99.5 ± 16 GPa bei Position 2. Die Abhängigkeit vom Ort ist leicht erklärbar. Da man in verschiedenen Domänen misst, ändert sich die Kontaktsteifigkeit durch den Beitrag der elektrischen Polarisation zur Steifigkeit der einzelnen Domänen von Ort zu Ort. Die gemessenen Werte entsprechen den theoretisch zu erwartenden Werten bei konstanter dielektrischer Verschiebung [20]. Dabei ist bei einer genaueren Betrachtung die elastische Anisotropie in der Ebene der Oberfläche zu berücksichtigen [19]. Weitere Messungen wurden an nanokristallinen dünnen ferritischen Schichten [13] und an diamantähnlichen Kohlenstoffschichten durchgeführt [21].

## Zusammenfassung und Ausblick

Die vorgestellte Methode sollte es ermöglichen, materialwissenschaftliche Fragestellungen zu lösen, bei denen die Kenntnis der Elastizität in kleinsten Dimensionen notwendig ist. Gegenwärtig wird die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit dadurch begrenzt, dass der Sensorspitzenradius nicht stabil ist und dass die Form des Federbalkens vom einfachen Modell des Biegebalkens mit konstantem Querschnitt abweicht. Stabilere Sensorspitzen, die zum Beispiel durch Diamantbeschichtung von Siliziumspitzen entstehen, sind ein Gegenstand der Entwicklung bei verschiedenen Herstellern. Ein Nachteil ist zur Zeit, dass die Elastizitätsmoduln dieser modifizierten Spitzen und Balken noch nicht genau genug bekannt sind. Dennoch hat sich bereits gezeigt, dass die Reproduzierbarkeit der Messungen deutlich gesteigert werden kann, wenn gehärtete Spitzen verwendet werden. Auch die Herstellung und die Modellierung der Federbalken bedarf noch einiger Verbesserungen. So wäre es vom Standpunkt der Ultraschall-Kraftmikroskopie her wünschenswert, wenn die Prozessparameter besser kontrolliert werden könnten, so dass die Moden eines Loses von Federbalken innerhalb engerer Toleranzen blieben. Andererseits sind auch Verbesserungen am theoretischen Modell des Balkens, auch unter Verwendung numerischer Methoden, geplant.

## Danksagung

Wir danken der VW-Stiftung, der DFG, und der EU für finanzielle Unterstützung.

## Literatur

1. D. Schneider, Th. Witke, Th. Schwarz, B. Schöneich, B. Schultrich, *Surface and Coatings Technology* **126** (2000) 136.
2. J.K. Krüger, J.P. Embs, S. Lukas, U. Hartmann, C.J. Brierley, C.M. Beck, R. Jimenez, P. Alnot, *Diamond and Related Materials* **9** (2000) 123.
3. G. M. Pharr, W. C. Oliver, F. Brotzen, *J. Mat. Res.* **7** (1992) 613.
4. M. Göken, M. Kempf and W.D. Nix, *Acta mater.* **49** (2001) 903.
5. A. Pfau, W. Schrepp, *Rastersondenverfahren in der industriellen Praxis*, Physikalische Blätter **55** (1999) 31.
6. G. Binnig, C.F. Quate, and Ch. Gerber, *Phys. Rev. Lett.* **56** (1986) 930.
7. M.R. Vanlandingham, S.H. McKnight, G.R. Palmese, J.R. Elings, X. Huang, T.A. Bodgett, R.F. Eduljee, and J. W. Gillespie, *J. Adhesion* **64** (1997) 31.
8. N.A. Burnham, A.J. Kulik, G. Gremaud, *Procedures in Scanning Probe Microscopy*, Ed. R.J. Colton et al., Wiley, NY, 565, 1998, und darin enthaltene Referenzen
9. T. Miyatani, S. Okamoto, A. Rosa, O. Marti, M. Fuihira, *Appl. Phys.* **A66**, 1998, S349
10. U. Rabe, K. Janser, W. Arnold, *Rev. Sci. Instrum.*, **67**, 1996, 3281
11. K. Yamanaka and S. Nakano, *Appl. Phys.* **A66**, 1998, S313
12. P. E. Mazeran, J. L. Loubet, *Trib. Lett.* **3**, 125 (1997).
13. E. Kester, U. Rabe, L. Presmanes, Ph. Tailhades, W. Arnold, *J. Phys. Chem. Sol.* **61**, 1275 (2000)
14. K. L. Johnson, *Contact Mechanics*, Cambridge University Press, 1995
15. U. Rabe, E. Kester, W. Arnold, *Surf. Interface Anal.* **27**, 1999, 386

16. J. R. Willis, *J. Mech. Phys. Solids* **14**, 163 (1966).
17. J. J. Vlassak, and W. D. Nix, *Phil. Mag.* **A67**, 1045 (1993).
18. J. Turner, S. Hirsekorn, U. Rabe, W. Arnold, *J. Appl. Phys.* **82**, 1997, 966
19. U. Rabe, S. Amelio, M. Kopycinska, S. Hirsekorn, M. Kempf, M. Göken, W. Arnold wird veröffentlicht in *Surf. Interface Anal.* 2001.
20. B. Jaffe, W. R. Cook, and H. Jaffe, *Piezoelectric Ceramics*, Academic Press, London, 1971.
21. S. Amelio, A.V. Goldade, U. Rabe, V. Scherer, B. Bushan, W. Arnold, wird veröffentlicht in *Thin Solid Films* 2001.

,CT\_UT,CT\_other\_methods,CT\_microscopy,CT\_materials\_characterization,CT\_thin\_films

Herausgeber: DGfZP,  
Programmierung: NDT.net

