

Abbildung und Messung elastischer Materialeigenschaften in polykristallinen Metallen mit hoher Ortsauflösung mittels Ultraschallkraftmikroskopie

Ute RABE, Sigrun HIRSEKORN, Anish KUMAR, Kai GENG, Walter ARNOLD,
Fraunhofer Institut für zerstörungsfreie Prüfverfahren (IZFP), Saarbrücken

Kurzfassung. Die Ultraschall-Kraftmikroskopie (Atomic Force Acoustic Microscopy, AFAM), ein dynamischer Betriebsmode von Kraftmikroskopen, nutzt die Schwingungsresonanzen der Kraftmikroskopblatfedern im Ultraschallfrequenzbereich bei Kontakt mit einer Probenoberfläche zur Abbildung und Messung lokaler elastischer Eigenschaften. Mit diesem Kontaktresonanzspektroskopieverfahren wurden Kontaktsteifigkeitsverteilungen in polykristallinen Metallen (Nickelbasislegierung 625 und 9Cr-1Mo ferritischer Stahl) abgebildet. Die Indentationsmoduli von Ausscheidungen in den Werkstoffen konnten mit dem Indentationsmodul der Matrix als Referenz quantitativ bestimmt werden. Hierbei wurde ausgenutzt, dass die anisotropen Indentationsmoduli von Metallen kubischer Einkristallsymmetrie wenig von dem makroskopischen Wert der isotropen Polykristalle abweichen. Um die quantitative Auswertung von AFAM-Daten zu verbessern, wurden mit der Finiten Elemente Methode (FEM) Biege- und Torsionsresonanzen von Siliziumfederbalken berechnet. Hierbei wurde die elastische Einkristallanisotropie von Silizium berücksichtigt.

1. Einführung

Da die Eigenschaften von Strukturen mit nm-Dimensionen stärker von ihren Rand- und Umgebungsbedingungen beeinflusst werden als die makroskopischer Objekte, sind makroskopische elastische Konstanten nicht unbedingt auf nanoskalige Objekte übertragbar. Dünnschichten, Körner oder Ausscheidungen lassen sich nicht immer mit gleichen Eigenschaften als makroskopische Proben herstellen. Daher existiert langfristig ein Bedarf, elastische Eigenschaften mit hoher Ortsauflösung zu bestimmen.

Ultraschallverfahren werden genutzt, um elastische Konstanten von Werkstoffen zu messen oder um Fehler wie z.B. Risse in Komponenten zu detektieren. Mit Hilfe der Puls-Echo Technik können auch meterdicke Bauteile im Inneren geprüft werden. Allerdings hängt wegen der Beugungsbegrenzung die Ortsauflösung von der Wellenlänge des Ultraschalls ab. Strukturen mit Abmessungen, die kleiner sind als ca. eine halbe Wellenlänge, können zwar unter Umständen noch nachgewiesen, aber nicht mehr scharf abgebildet werden. Hohe Ortsauflösung erfordert daher kleine Wellenlängen und hohe Frequenzen. Bei den für die Ultraschallprüfung typischen Frequenzen von 100 kHz bis 100 MHz liegen die

Wellenlängen im Bereich von Zentimetern bis einige zehn Mikrometer, wenn man typische Schallgeschwindigkeiten von einigen mm/μs annimmt. Um Wellenlängen von Nanometern zu erzielen, müssten Frequenzen um 100 GHz verwendet werden. Dies ist jedoch aus praktischen Gründen nicht machbar. Ultraschallwellen bei Frequenzen höher als einige 100 MHz werden in polykristallinen Werkstoffen einerseits sehr stark durch Streuung geschwächt [1], so dass nur in einen oberflächennahen Bereich eingedrungen werden kann. Andererseits ist die klassische Ultraschallrastermikroskopie mit fokussierenden Linsen („Prüfköpfen“) bei Frequenzen über 2 GHz nicht verwendbar, da die Absorption in allen bekannten Koppelmitteln zu hoch wird und deswegen kein reflektiertes Signal mehr empfangen werden kann [2]. Daher ist die Auflösung auf ca. 0,75 μm begrenzt, falls man eine akustische Linse mit der numerischen Apertur $NA = 2$ und Wasser als Koppelmittel verwendet.

Um auch mit niedrigen Frequenzen hohe Ortauflösung zu erreichen, kann das Nahfeldprinzip angewendet werden. Im Nahfeldmikroskop werden die Wellen mit einem Sensor detektiert, dessen Radius kleiner ist als die Wellenlänge. Damit wird die räumliche Auflösung nicht mehr durch die Wellenlänge bestimmt, sondern durch die Reichweite der Wechselwirkung zwischen dem Sensor und der Probe. Die Erfindung des Rasterkraftmikroskops (engl.: Atomic Force Microscope, AFM) [3] bedeutete einen Durchbruch für die Nahfeldmikroskopie. Verschiedene Ultraschall-Mikroskope, die auf dem Rasterkraftmikroskop aufbauen, wurden seitdem entwickelt [4 - 6]. Hierzu gehört auch die Ultraschall-Kraftmikroskopie (engl.: Atomic Force Acoustic Microscopy, AFAM) [7]. Ein herkömmlicher Ultraschallwandler, z.B. ein piezoelektrischer Prüfkopf, wird an die Probe angekoppelt und erzeugt Longitudinal-, Scher- oder Oberflächenwellen. Die Schwingung der Oberfläche wird lokal hoch aufgelöst mit einem entsprechend modifizierten Kraftmikroskop gemessen. Im AFAM-Modus wird die Verschiebung der Eigenresonanzfrequenzen des Kraftmikroskop-Federbalkens ausgewertet. Die Kontaktresonanzspektroskopie und verwandte Verfahren werden inzwischen von Arbeitsgruppen weltweit eingesetzt, z.B. um lokale elastische Konstanten dünner Filme [8], piezoelektrischer Keramiken [9] und von Kompositmaterialien [10] zu bestimmen. Aus der Halbwertsbreite der Kontaktresonanzkurven kann zusätzlich die Kontaktdämpfung berechnet und ein Verlustmodul der Probe bestimmt [11] werden. Weiterhin ist in oberflächennahen Bereichen auch die Detektion vergrabener Strukturen möglich [12]. Eine Übersicht über die Grundlagen und Anwendungen der Kontaktresonanztechnik findet sich in [7] und [13].

2. Modellierung der Schwingung der Kraftmikroskop-Sensoren

Typische Dimensionen kommerzieller Kraftmikroskop-Sensoren sind einige 100 μm Länge, einige 10 μm Breite und Bruchteile von μm bis einige μm Dicke. Diese Sensoren können als kleine Platten oder Stäbe aufgefasst werden, die verschiedene Arten von Schwingungsmoden aufweisen. Wegen der geringen Dimensionen der Blattfedern liegen ihre Resonanzfrequenzen im Ultraschallfrequenzbereich. In der Ultraschall-Kraftmikroskopie werden Eigenmoden - hauptsächlich die Biegemoden - des Federbalkens genutzt. Die Sensorspitze wird in Kontakt mit der Probenoberfläche gebracht, so dass abstoßende Kräfte herrschen, die zu einer Erhöhung der Resonanzfrequenzen des Federbalkens führen. Die abstoßenden Kräfte können bei kleinen Amplituden als lineare Federn und Dämpfungstöpfe („Kontaktsteifigkeiten“) dargestellt werden. Misst man die Kontaktresonanzfrequenzen des Federbalkens und vergleicht sie mit den Frequenzen bei freier Sensorspitze, kann man mit Hilfe analytischer Formeln die Kontaktsteifigkeit berechnen. Analytische Formeln können allerdings nur dann hergeleitet werden, wenn vereinfachende Annahmen über die Geometrie der Federbalken gemacht werden. Für die Ultraschall-

Kraftmikroskopie werden Sensoren aus einkristallinem Silizium verwendet. Die bisher verwendeten analytischen Modelle gehen von einem einseitig fest eingespannten Federbalken mit konstantem Querschnitt aus. Kleine geometrische Abweichungen der realen Balken von diesem Modell wie zum Beispiel die Elastizität der Einspannung, der trapezförmige Querschnitt und das dreieckige Ende lassen sich besser mit numerischen Modellen erfassen [14].

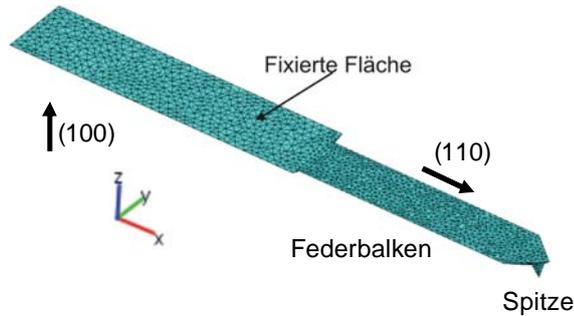


Abbildung 1. Finite-Elemente-Modell eines typischen Sensors für die Ultraschall-Kraftmikroskopie. Die Orientierung des Silizium-Einkristall-Materials ist mit dicken schwarzen Pfeilen angegeben. Der Sensor hat einen trapezförmigen Querschnitt und ein dreieckiges Ende, an dem die Sensorspitze sitzt.

Abbildung 1 zeigt ein Finite-Elemente-Modell eines Kraftmikroskop-Federbalkens [15]. Abbildung 2 zeigt als Beispiele die Simulation des dritten Biegemodes und des ersten Torsionsmodes dieses Balkens. Um das Schwingungsverhalten des Balkens zu simulieren, musste die elastische Anisotropie des Siliziums korrekt berücksichtigt werden. Da die Längsachse des Federbalkens in (110)-Richtung des Einkristalls orientiert ist, wurde die Matrix der elastischen Einkristall-Konstanten entsprechend gedreht [14]. Ein erster Vergleich der Kontaktresonanzfrequenzen des Finite-Elemente Modells mit den analytischen Rechnungen bestätigte das analytische Modell. Es zeigte sich, dass die Aufhängung und die Form des Balkens die Ergebnisse weniger beeinflussen als die Position der Sensorspitze.

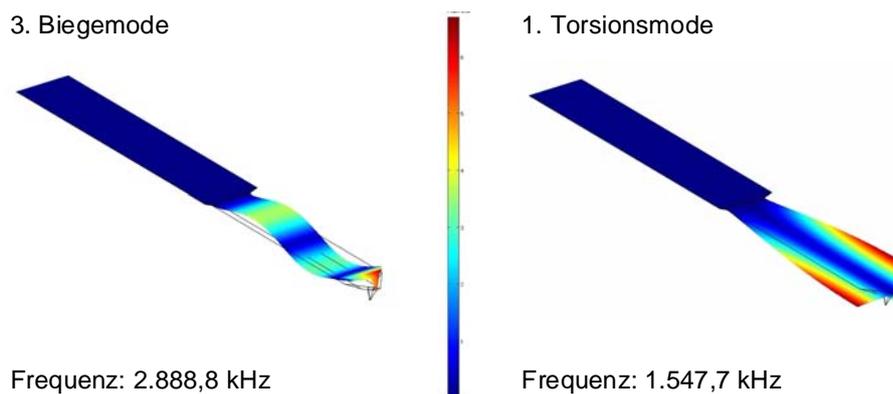


Abbildung 2. Beispiele für Simulationen der Eigenschwingungen des Sensors in Abb. 1. Die Farbskala zeigt die maximale Amplitude der Auslenkung unabhängig von der Richtung. Bei dem Biegemode (Frequenz $f_{B3} = 2888,8$ kHz) sind deutlich die Schwingungsknoten als blaue Bereiche zu erkennen. Die Auslenkung hat ihr Maximum an der Sensorspitze, wenn diese keinen Kontakt mit der Probe hat, der Balken an dem Ende also frei schwingen kann. Bei dem Torsionsmode (Frequenz $f_{T1} = 1547,742$ kHz) ist die Knotenlinie in Längsrichtung in der Mitte des Balkens zu sehen. Die Amplitude wird an den Seiten des Balkens maximal.

2. Ultraschall-Kraftmikroskopie an polykristallinen Metallen

Nickellegierungen werden als Konstruktionswerkstoffe im chemischen Anlagenbau, in Öfen, im Schiffsbau, in der Raumfahrt und in der Energietechnik eingesetzt, wenn hohe Korrosions- und Temperaturbeständigkeit erforderlich ist. Die Nickel-Basis-Legierung 625 (NiCr22Mo9Nb, Handelsname Inconel 625) ist eine Nickel-Chrom-Molybdän-Legierung, die zusätzlich mit Niob stabilisiert ist, für den Hochtemperaturbereich entwickelt wurde und u.A. auch in Kernreaktoren eingesetzt wird [16]. Bei Wärmebehandlung bilden sich bei vielen eisen-, nickel- und chromhaltigen Legierungen Ausscheidungen an Korngrenzen. Der Unterschied zwischen den elastischen Eigenschaften von Ausscheidung und Matrix führt zu mechanischen Spannungen an der Korngrenze. Ausscheidungen beeinflussen daher die Bruchfestigkeit von technischen Werkstoffen wie ferritischen und austenitischen Stählen und Nickel-Basis-Legierungen erheblich. Die hier untersuchten Proben wurden nach betrieblichem Einsatz aus einem Schwerwasser-Reaktor in Indien entnommen und anschließend bei 1123 K wärmebehandelt, um intermetallische Ausscheidungen aufzulösen [16]. Voruntersuchungen in Indien zeigten, dass die verbleibenden Ausscheidungen an den Korngrenzen reich an Chrom sind.

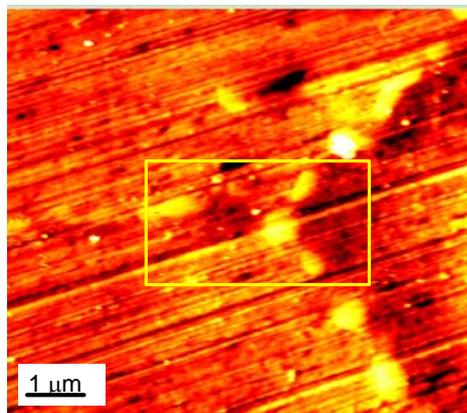


Abbildung 3. Topografie der polierten Oberfläche eines Testkörpers aus Nickel-Basis-Legierung, abgebildet im dynamischen Modus mit dem Kraftmikroskop. Die Ausscheidungen an der Korngrenze sind als helle, höherliegende Bereiche zu erkennen. Die parallelen Streifen sind Polierriefen. Der gelbe Kasten zeigt den Bereich an, der anschließend im Ultraschallmodus näher untersucht wurde.

Für die kraftmikroskopischen Untersuchungen wurden die Proben geschliffen und poliert, um eine mittlere Oberflächenrauigkeit von weniger als 2 nm zu erzielen. Abbildung 3 zeigt die Topografie eines Oberflächenbereiches eines Testkörpers aus Nickel-Basis-Legierung mit einer Korngrenze, an der sich Ausscheidungen gebildet haben. Es wurde ein kommerzielles Kraftmikroskop mit integriertem Ultraschallmodus verwendet (Solver, NT-MDT, Zelenograd, Russland). Die Farbkodierung des Höhenbildes ist so gewählt, dass tiefer liegende Bereiche dunkel und höherliegende hell erscheinen. Die Ausscheidungen treten als Erhebungen hervor, weil sie während des Polierprozesses weniger stark abgetragen wurden als das Grundmaterial. Die diagonal durch das Bild laufenden Streifen sind Polierriefen. Der gelbe Kasten im Bild zeigt den Ausschnitt an, der im Ultraschallmodus näher untersucht wurde. Abbildung 4 (a) zeigt ein mit dem ersten Biegemode des Federbalkens aufgenommenes Ultraschallbild. Das verwendete Gerät erlaubt, wie in Abb. 4 (c) schematisch gezeigt, in jedem Bildpunkt die Anregungsfrequenz zu variieren und ein Spektrum aufzunehmen. Die Resonanzfrequenz wird automatisch ermittelt und farbkodiert als Bild dargestellt. Um unbekannte Parameter des Federbalkens (Position der Sensorspitze) zu ermitteln, werden Bilder bei mindestens zwei Resonanzfrequenzen aufgezeichnet. Aus diesen Werten und den Resonanzfrequenzen des freien Federbalkens wird die

lokale normierte Kontaktsteifigkeit k^*/k_C (Abb. 4 (b)) berechnet. Hierbei ist k^* die Kontaktsteifigkeit senkrecht zur Oberfläche und k_C die statische Federkonstante des Sensors. Hellere Bereiche im Frequenzbild weisen eine größere Frequenzverschiebung und somit auch eine höhere Kontaktsteifigkeit auf.

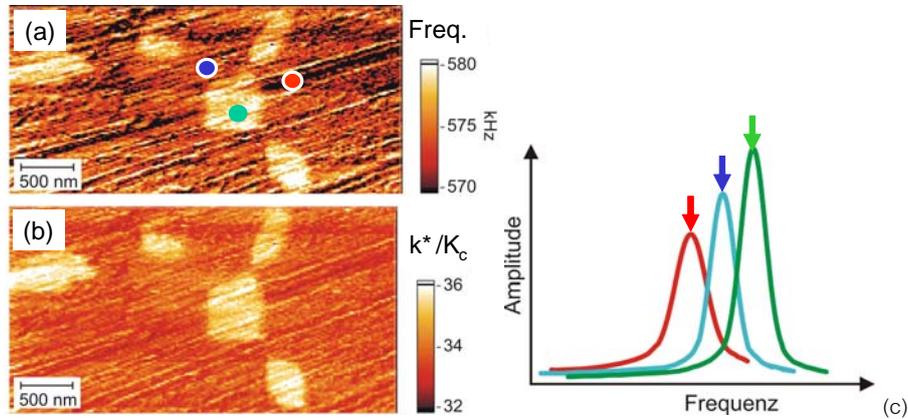


Abbildung 4. Ultraschallbild der polierten Oberfläche des Testkörpers aus Nickel-Basis-Legierung, erster Biegemode (a), normierte Kontaktsteifigkeit k^*/k_C (b) und schematische Darstellung der Kontaktresonanzspektren, die die Verschiebung der Kontaktresonanzfrequenz zeigen (c). An jedem Punkt des Bildes wurde ein Spektrum aufgenommen, aus dem die Resonanzfrequenz bestimmt wurde. Aus den Kontaktresonanzfrequenzen wurde mit der Theorie der Biegeschwingungen die Kontaktsteifigkeit k^* berechnet.

3. Bestimmung von lokalen elastischen Konstanten

Die Kontaktsteifigkeit zwischen Spitze und Probe hängt von der Form der Spitze, der Topografie der Oberfläche und den verschiedenen abstandsabhängigen Wechselwirkungskräften ab. Dies sind z.B. Van-der-Waals-Kräfte, Adhäsionskräfte, Kräfte, die der sich bei Umgebungsbedingungen bildende Wassermiskus ausübt, sowie elastische Rückstellkräfte. Die statische Auflagekraft F_C wird durch die statische Auslenkung d des Federbalkens kontrolliert: $F_C = d \times k_C$. Durch hohe Auflagekräfte von mehreren 100 nN und Kontrolle der Luftfeuchtigkeit und der Temperatur kann dafür gesorgt werden, dass die elastischen Rückstellkräfte größer werden als die übrigen Wechselwirkungskräfte. Mit Hilfe eines Modells für die Kräfte zwischen Spitze und Probe kann dann eine elastische Konstante der Oberfläche berechnet werden. Die elastischen Konstanten der Sensorspitze und ihre Form (d.h. bei kugelförmiger Spitze ihr Radius) werden mit Hilfe von Referenzmessungen an bekannten Proben bestimmt.

Für eine elastisch isotrope, ebene Probe und eine ebenfalls isotrope kugelförmige Spitze mit Radius R können die Kontaktsteifigkeit k^* und der Kontaktradius a nach dem Hertz'schen Modell berechnet werden [17]:

$$k^* = \sqrt[3]{6E^*{}^2 RF_C} \quad (1)$$

$$a = \sqrt[3]{3F_C R / 4E^*} \quad (2)$$

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_t^2}{E_t} + \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} \quad (3)$$

Hierbei ist E^* der reduzierte Elastizitätsmodul des Kontaktes und E_t , E_s , ν_t , und ν_s sind die E-Modulen und die Poissonzahlen der Spitze und der Probe. Der Kontaktradius a beträgt je nach Radius der Sensorspitze einige nm bis ca. 100 nm. Damit ist die Ortsauflösung wesentlich höher als der Durchmesser der Körner und Ausscheidungen. Diese treten daher als mechanisch anisotrope Einkristalle in Erscheinung, d.h. auch wenn das polykristalline Ensemble makroskopisch isotrop ist, weil die Kornorientierungen statistisch gleich verteilt sind, „sieht“ die Spitze des Kraftmikroskops wegen der hohen Ortsauflösung die Anisotropie der einzelnen Körner. Dies bedeutet, dass die Modelle der Kontaktmechanik auf anisotrope Körper erweitert werden müssen. Anstatt des reduzierten E-Moduls kann für anisotropes Material bei bestimmten Symmetrien ein Indentationsmodul berechnet werden [18, 19, 9]. Anstatt Gl. 3 gilt dann:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1}{M_t} + \frac{1}{M_s}, \quad (4)$$

wobei M_t und M_s die Indentationsmoduln von Spitze und Probe sind. Im Allgemeinen ist für anisotrope Einkristalle die Richtungsabhängigkeit des Indentationsmoduls bzw. des reduzierten E-Moduls geringer als die des E-Moduls selbst [18]. In der Kontaktfläche treten neben den Normalkräften auch Querkontraktionskräfte auf. Daher fließen auch elastische Konstanten senkrecht zur Eindringrichtung in den Indentationsmodul ein. Im Falle isotroper Körper ist der Indentationsmodul M_{iso} identisch mit dem reduzierten E-Modul:

$$M_{iso} = \frac{E_{iso}}{1 - \nu_{iso}^2}. \quad (5)$$

Die Größe M_{iso} kann experimentell bestimmt werden, indem die makroskopischen Longitudinal- und Scherwellengeschwindigkeiten gemessen werden. Aus diesen und der Dichte des Materials werden der Elastizitätsmodul E_{iso} und die Poissonzahl ν_{iso} berechnet und dann Gl. (5) angewendet. Außerdem kann M_{iso} theoretisch aus den elastischen Einkristallkonstanten berechnet werden, indem man zunächst mit der Methode nach Voigt-Reuss-Hill [20] E_{iso} und ν_{iso} berechnet und dann Gl. (5) anwendet.

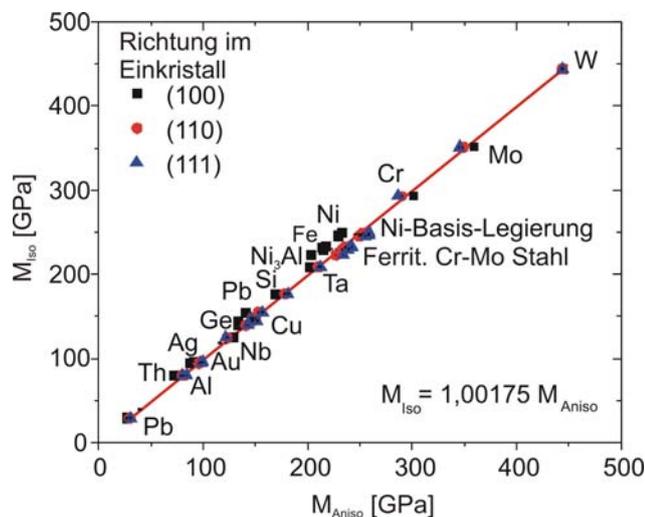


Abbildung 5. Korrelation zwischen dem isotropen Indentationsmodul M_{iso} und den anisotropen Indentationsmoduln M_{Aniso} (d.h. $M_{(100)}$, $M_{(110)}$ und $M_{(111)}$) für verschiedene kubische Metalle [21].

Ein Vergleich des isotropen Indentationsmoduls M_{iso} mit den Indentationsmoduln in den drei Einkristall-Richtungen (100), (110) und (111) für verschiedene kubische Einkristalle und Legierungen zeigt Abb. 5. Man erkennt, dass der Unterschied zwischen den einzelnen Orientierungen eines Einkristalls in den meisten Fällen gering ist im Vergleich zu den materialabhängigen Unterschieden. Aus diesem Grund konnten die makroskopisch messbaren elastischen Konstanten des Matrixmaterials ($E_{\text{iso}} = 201 \text{ GPa}$, $\nu_{\text{iso}} = 0,308$, $M_{\text{iso}} = 222 \text{ GPa}$) als Referenz verwendet werden, um eine elastische Konstante der Ausscheidungen ($M = 275 \text{ GPa}$) zu bestimmen (Abb. 6) [21].

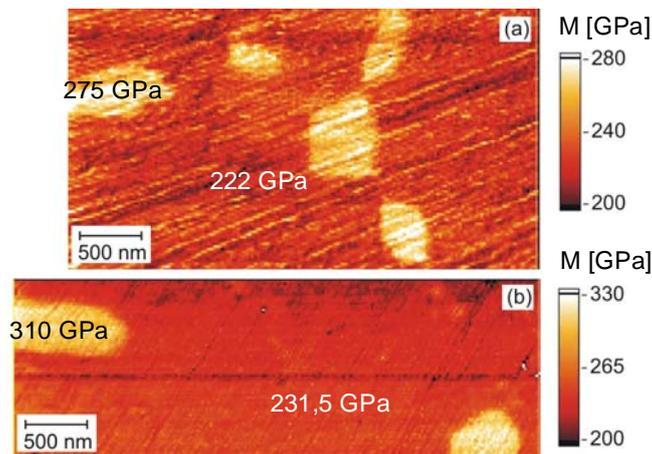


Abbildung 6: (a) Lokaler, aus den Daten in Abb. 4 berechneter Indentationsmodul auf der Nickel-Basis-Legierung 625. Als Referenz wurde der Indentationsmodul des Matrixmaterials verwendet (weiße Zahl). Der Indentationsmodul der Ausscheidungen ergab sich hieraus zu 275 GPa (schwarze Zahl); (b) Indentationsmodul einer ferritischen Stahlprobe [21].

Außer der Nickel-Basis-Legierung 625 wurde ein ferritischer Chrom-Molybdän Stahl wärmebehandelt und auf Ausscheidungen untersucht [22]. Die Testkörper wurden wie die Nickelproben für die Anwendung von Kraftmikroskopieverfahren poliert und mit diesen abgebildet. Bei makroskopischer Isotropie ergibt sich in diesem Fall aus dem E-Modul $E_{\text{iso}} = 213 \text{ GPa}$ und der Poissonzahl $\nu_{\text{iso}} = 0,283$ der Indentationsmodul $M_{\text{iso}} = 231,5 \text{ GPa}$. Die Auswertung in Abb. 6 (b) zeigt, dass auch hier die Ausscheidungen steifer sind als das Matrixmaterial.

4. Zusammenfassung

In der Ultraschall-Kraftmikroskopie werden Eigenresonanzen von Kraftmikroskop-Federbalken, die in Kontakt mit einer Probenoberfläche schwingen, ausgewertet. Finite-Elemente-Modelle können mehr Details der Federbalken erfassen als analytische Modelle. Für einen typischen Federbalken wurde ein Finite-Elemente-Modell erstellt, und die Auswertungsergebnisse wurden mit denen der analytischen Modelle verglichen. Dieser Vergleich bestätigte das analytische Balkenmodell. Es zeigte sich, dass die Aufhängung und die Form des Balkens die Ergebnisse weniger beeinflussen als die Position der Sensorspitze. Die Nickel-Basis-Legierung 625 sowie ein ferritischer Stahl wurden für kraftmikroskopische Untersuchungen präpariert und anschließend im Ultraschallmodus untersucht. Ausscheidungen konnten sowohl in der Topografie als auch im Ultraschallmodus mit deutlichem Kontrast zur Matrix abgebildet werden. Die Ausscheidungen zeigten höhere elastische Konstanten als die Matrix. Mit Hilfe eines Kalibrationsverfahrens, das die elastische Konstante der Matrix als Referenz nutzte, konnte der Indentationsmodul der Ausscheidungen quantitativ bestimmt werden.

Danksagung

Der Aufenthalt von A. Kumar (permanente Adresse: Metallurgy and Materials Group, Indira Gandhi Centre for Atomic Research, Kalpakkam-603102, Tamil Nadu, India) am IZFP wurde durch ein Alexander von Humboldt Forschungsstipendium finanziert.

Referenzen

- [1] K. Goebbels, *Structure Analysis by Scattered Ultrasonic Radiation*, in Research Techniques in NDT, **IV**, R. S. Sharpe ed., Academic Press, 1980, 87-153
- [2] A. Briggs, *Acoustic Microscopy*, Clarendon Press, Oxford, 1992
- [3] G. Binnig, C.F. Quate, and Ch. Gerber, Atomic Force Microscope, *Phys. Rev. Lett.* **56** (1986) 930.
- [4] W. Rohrbeck and E. Chilla, *Phys. stat. sol. (a)* **131** (1992).
- [5] L. Robert and B. Cretin, *Surf. Interface Anal.* **27** (1999) 568.
- [6] K. Yamanaka, T. Tsuji, A. Noguchi, T. Koike, and T. Mihara, *Rev. Sci. Instrum.* **71** (2000) 2403.
- [7] U. Rabe, Atomic Force Acoustic Microscopy. in: Applied Scanning Probe Methods Vol. II, eds. B. Bhushan and H. Fuchs, Springer Berlin Heidelberg, 2006, pp. 37-90.
- [8] M. Kopycinska-Müller, R.H. Geiss, J. Müller, D.C. Hurley, *Nanotechnology* **16** (2005).
- [9] U. Rabe, M. Kopycinska, S. Hirsekorn, J. Muñoz-Saldaña, G. Schneider, W. Arnold, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **35** (2002) 2621.
- [10] A.B. Kos and D.C. Hurley, *Meas. Sci. Technol.* **19** (2008) 015504.
- [11] P.A. Yuya, D.C. Hurley, and J.A. Turner, *J. Appl. Phys.* **104** (2008) 074916.
- [12] T. Tsuji and K. Yamanaka, *Nanotechnology* **12** (2001) 301.
- [13] D. C. Hurley, Contact Resonance Force Microscopy Techniques for Nanomechanical Measurements. in: Applied Scanning Probe Methods Vol. XI, eds. B. Bhushan and H. Fuchs, Springer, Berlin Heidelberg New York, 2009, pp. 97-138.
- [14] F.J. Espinoza-Beltrán, K. Geng, J. Muñoz Saldaña, U. Rabe, S. Hirsekorn, and W. Arnold, to be published in *the New Journal of Physics*.
- [15] Comsol Multiphysics 3.2, www.comsol.com.
- [16] A. Kumar, V. Shankar, T. Jayakumar, K. Bhanu Sankara Rao, and B. Raj, *Phil. Mag. A* **82** (2002) 2529.
- [17] K.L. Johnson, Contact mechanics, Cambridge University Press, Cambridge. 1985.
- [18] J.J. Vlassak and W.D. Nix, *Phil. Mag.* **A67** (1993) 1045.
- [19] U. Rabe, S. Amelio, M. Kopycinska, S. Hirsekorn, M. Kempf, M. Göken, W. Arnold, *Surf. Interface. Anal.* **33** (2002) 65.
- [20] O.L. Anderson, *J. Phys. Chem. Solids* **63** (1963) 909.
- [21] A. Kumar, U. Rabe, S. Hirsekorn, W. Arnold, *Appl. Phys. Lett.* **92** (2008) 183106
- [22] A. Kumar, T. Jayakumar, B. Raj und K.K. Ray, *Acta Mater.* **51**, (2003) 2417