
Kontaktmechanik mit Quarzresonatoren

Dissertation

Steffen Berg

Kontaktmechanik mit Quarzresonatoren

Dissertation

zur Erlangung des Grades

”Doktor der Naturwissenschaften”

am Fachbereich Physik

der Johannes Gutenberg-Universität
in Mainz

Steffen Berg

Angefertigt am Max-Planck Institut für Polymerforschung,
Ackermannweg 10, 55128 Mainz.

Jahr der Prüfung: 2002

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	4
2	Mechanische Kontakte zwischen Oberflächen	9
2.1	Oberflächenkräfte	9
2.2	Kontaktmechanik	12
2.3	Reibung	14
2.3.1	Gleitreibung	15
2.3.2	Rollreibung	20
2.4	Plastische Deformation	21
2.5	Instrumente der Nano-Tribologie	23
2.5.1	Rasterkraftmikroskop	23
2.5.2	Surface Forces Apparatus	24
3	Schwingquarze	25
3.1	Physikalische Eigenschaften	25
3.2	Resonanzverhalten	28
3.3	Temperaturabhängigkeit	30
3.4	Schwingungsamplitude, Auslenkung und Geschwindigkeit	30
3.5	Laterale Amplitudenverteilung	32
3.6	Schwingende Masse	33
3.7	Elektrisches Ersatzschaltbild	33
3.8	Adsorption an Schwingquarzen	35
3.9	Das elastische Punkt-Kontakt Modell	36
3.9.1	Dissipationskanäle	36
3.9.2	Scherrate, laterale Kraft und dissipierte Leistung	38
3.9.3	Elektrischer Ersatzschaltkreis	40
4	Kontaktmechanik mit dem Surface Forces Apparatus	41
4.1	Aufbau	41
4.2	Integration eines Quarz-Resonators in den SFA	42
4.3	Silber-Glimmer und Glimmer-Glimmer Kontakt	45
4.4	Überprüfung des elastischen Punkt-Kontakt-Modells	49
5	"Ring-down" Experimente	55
5.1	Das "ring-down" Verfahren	56

5.2	Charakteristik des Mischers	58
5.3	"Undersampling"	58
5.4	Genauigkeit	59
5.5	Nichtlineare Effekte des frei schwingenden Quarzes	61
5.6	Amplitudenabhängigkeit von Frequenz und Dämpfung	63
5.7	Wie würde Stick-Slip im "ring-down" aussehen?	65
5.8	Strategie beim nichtlinearen Fit	66
6	Experimenteller Aufbau	69
6.1	Mechanischer Aufbau	69
6.2	Testkörper	70
6.3	Mechanische Störungen	71
6.3.1	Schwingungsisolierung	71
6.3.2	Drift	71
6.4	Artefakte und Einschränkungen bei Zeitdomänenmessungen	73
6.5	Sauberkeit der Kontaktfläche	73
7	Obertöne	76
7.1	Metall–Metall Kontakt	76
7.1.1	Einfluß der Obertonordnung auf den Dämpfungspeak	78
7.1.2	Hysterese	79
7.1.3	Normalkraft	80
7.2	Metall–Keramik/Glas Kontakt	81
7.3	Keramik–Keramik Kontakt	81
7.4	Glimmer–Gold Kontakt	83
7.5	Polymer–Keramik Kontakt	84
7.6	Gold–Silikon Kontakt	86
7.7	Selbst-assemblierte Thiol-Monolage	87
7.8	Reproduzierbarkeit	88
8	Chirp und nichtlineare Abklingrate	90
8.1	Amplitudenabhängigkeit von Frequenz und Dämpfung	90
8.2	Störungsrechnung	92
8.2.1	Bewegungsgleichung	92
8.2.2	"two-timing"-Approximation	93
8.2.3	Gemittelte Gleichungen	93
8.2.4	Variablentransformation	95
8.2.5	Diskretisierung	95
8.2.6	Elastische Kraft und Reibungskraft	96
8.3	Nichtlinearitäten bei Metall-Substraten	97
8.3.1	Plastische Deformation	98

8.3.2 Kritische Geschwindigkeit	98
8.3.3 Abhängigkeit von der Normalkraft	103
8.3.4 Abschätzung des Schermoduls von Gold	104
8.4 Polymer-Substrat	104
8.5 Keramisches Substrat	105
8.5.1 Quarz–Siliziumnitrid Kontakt	105
8.5.2 Quarz–Glas Kontakt	107
8.5.3 Glimmer–Gold Kontakt	108
8.6 Mikropartikel auf dem Quarz	109
9 Nichtlineare Dynamik in granularen Medien	111
9.1 Salzkörner	112
9.2 Glaskugeln	115
9.3 Kleine Glaskugeln	117
10 Diskussion zur Kontaktmechanik	120
10.1 Instrumentelles	120
10.2 Kontaktmechanik-Experimente	121
10.3 Spannungspfade in granularen Medien	124
11 Lateral-gekoppelte Quarz-Resonatoren	129
11.1 Experimenteller Aufbau	130
11.2 Impedanz- und Transmissionspektren	131
11.2.1 Verstimmte Resonatoren	131
11.2.2 Symmetrische Konfiguration	133
11.3 Elektrischer Ersatzschaltkreis	136
11.4 Berechnung der Resonanzfrequenzen	139
11.5 Anwendung als Sensor	141

1. Einleitung

Bereits die Ägypter, daß Reibung beim Ziehen von schweren Steinblöcken eine wesentliche Rolle spielt und setzten zur Verringerung von Reibung Schmiermittel ein. Seit über 300 Jahren beschäftigen sich Wissenschaftler und Ingenieure gezielt mit Reibung und der damit verbundenen Dissipation von Energie. Schon Leonardo daVinci hat einfache Reibungsexperimente mit schiefen Ebenen durchgeführt und erkannte, daß in Kugellagern die Reibung wesentlich herabgesetzt wird, wenn sich die einzelnen Kugeln nicht berühren (Abb. 1.1). Konzeptionell geht die makroskopische Beschreibung von Gleitreibung auf da Vinci zurück, wurde aber erst später als das heute allgemein bekannte Coulomb-Gesetz formuliert.

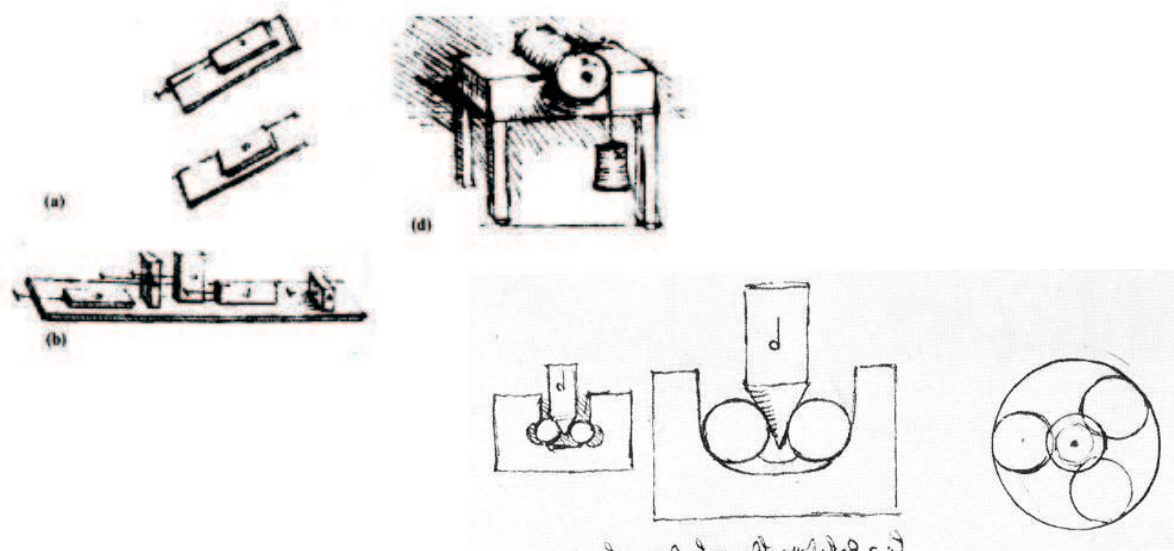


Abbildung 1.1: Auszug aus dem Skizzenbuch von Leonardo da Vinci, aus Codex Atlanticus, Codex Arundel [Dow79] und Codex Madrid [HDR87]

In der Technik spielt Reibung unter mehreren Aspekten eine Rolle und verursacht zahlreiche Probleme. Einerseits wirkt beim Kontakt gegeneinander bewegter Körper eine Reibungskraft der Bewegung immer entgegen, wodurch Leistung des Antriebs verloren

geht. Diese "verlorene" Leistung wird in vielen Fällen letztlich in Wärmeenergie umgewandelt. Um ein Überhitzen oder Materialausdehnung durch Temperaturerhöhungen zu vermeiden, muß diese Wärmeenergie teilweise aufwendig abgeführt werden. Andererseits ist Reibung auch häufig mit Verschleiß verbunden, was Relevanz für Standzeiten von Maschinen und Materialversagen besitzt. Heutzutage entstehen alleine der deutschen Volkswirtschaft jedes Jahr Schäden von mehreren Milliarden Euro, die durch Reibung und Verschleiß verursacht werden[ESS02]. Eine Verringerung der Reibung wird bei technischen Anwendungen meist durch Schmiermittel erreicht [Dow79], wodurch auch der Verschleiß deutlich herabgesetzt wird. Zum Beispiel bei Fräsmaschinen verwendet man sogenannte "Kühl-Schmiermittel", die gleichzeitig auch noch die Reibungswärme und die Verschleißpartikel abführen.

Reibung ist nicht nur für die Technik, sondern auch für die wissenschaftliche Grundlagenforschung von Interesse. Es gibt zwar phänomenologische makroskopische Gesetze, wie beispielsweise das Gesetz von Coulomb (Abschnitt 2.3.1), die erstaunlich allgemein anwendbar sind. Doch auch trotz intensiver Bemühungen sowohl auf experimenteller und theoretischer Seite gibt es bis heute keine mikroskopische Theorie der Reibung, die diese breite Anwendbarkeit zu erklären vermag. Es werden immer nur Teilaspekte und Spezialfälle erklärt, die im Detail meist komplizierte mikroskopische Mechanismen aufweisen. Oftmals kommen die Impulse zur Untersuchung von Reibungsphänomenen aus technischen Innovationen, bei denen neuartige experimentelle Situationen auftreten. Durch die zunehmende Miniaturisierung mechanischer Systeme ist ein zunehmendes Verständnis auf der mikroskopischen Skala gefragt [Wil01, MPdB01]. Beispielsweise bei Computerfestplatten [JMM⁺96] stellt sich die Situation dar, daß ein kleiner Lesekopf in möglichst geringem Abstand auf einem Luftkissen über der mit bis zu m/s rotierenden Platte schwebt. Um zu verhindern, daß der Kopf bei einem in der Praxis nicht ganz zu vermeidenden Aufschlag auf die Platte Schäden an der magnetischen Schicht verursacht ("head-crash"), verwendet man harte Schutzschichten aus amorphem Diamant und Schmiermittel mit besonderen Eigenschaften. Monolagen von Perfluoropolyethern eignen sich für diese Anwendung, da diese zwar mit den Ether-Gruppen auf der Unterlage haften und so durch die Fliehkräfte nicht weggeschleudert werden, aber eine durch einen abgefangenen "head-crash" entstandene Furche im Schmiermittelfilm durch dessen Mobilität innerhalb einer Umdrehung der Platte wieder aufgefüllt werden kann. Bei einer weiteren Verringerung

des Lesekopf-Plattenabstandes überlegt man sogar, den Kopf permanent im Schmiermittelfilm laufen zu lassen. Durch die Fertigungsprozesse in der Halbleiterindustrie wurde die Entwicklung aktiver mechanischer Komponenten und Systeme auf der Mikrometer-Skala (MEMS) möglich. Auf dieser Skala verursacht Reibung ernsthafte Probleme. Einerseits ist oftmals für Schmiermittel einfach kein Platz oder es wäre sehr aufwendig, die Schmiermittel gezielt aufzubringen. Wesentlich ernster ist die Tatsache, daß die meisten Kräfte (beispielsweise Inertialkräfte) mit dem Volumen skalieren, die Reibungskraft aber mit der Normalkraft. Gerade auf der Mikrometer-Skala ist diese oft durch Oberflächenkräfte (beispielsweise van der Waals, Abschnitt 2.1) gegeben, wodurch die relative Bedeutung der Reibung steigt. Andererseits kann man sich Reibung auch zunutze machen, wie Entwicklungen von Inertialantrieben und Stick-Slip Motoren zeigen.

Statische Reibung zwischen festen Oberflächen ohne und mit Schmiermitteln und Einflüsse von Oberflächenkräften lassen sich auf der Mikrometer-Skala mit dem Surface Forces Apparatus (SFA) [IT72] untersuchen. Die Nanometer-Skala wird durch die Entwicklung des Rasterkraftmikroskops (AFM) [BQG86] zugänglich. Beide Methoden sind allerdings hinsichtlich der erreichbaren Geschwindigkeiten und zugänglichen Frequenzen limitiert. Eine zunehmende Miniaturisierung und die damit verbundene Verringerung der trägen Masse erhöht die Eigenfrequenzen mikromechanischer Systeme. Die damit einhergehende Verkürzung von Schaltzeiten wird beispielsweise bei mikromechanischen Spiegeln und optischen Schaltern ausgenutzt. Bei Computerfestplatten und mikromechanischen Motoren treten Geschwindigkeiten [SF93] im Bereich von einigen Metern pro Sekunde auf und überschreiten damit den durch AFM und SFA zugänglichen Bereich. Die Verwendung von Quarz-Resonatoren macht hohe mechanische Geschwindigkeiten von bis zu 2 m/s und Frequenzen im MHz Bereich zugänglich. Schwingquarze sind im Bereich der rheologischen Untersuchung von Polymerfilmen eine etablierte Methode [Joh99, WSJ97]. In letzter Zeit finden sie zunehmend Anwendung in Kontaktmechanik-Experimenten mit mikroskopischen Kontaktflächen [Las99, LJ99, BKAW01].

In dieser Arbeit werden zunächst die theoretischen Grundlagen angeschnitten (Kapitel 2). Es folgt ein Kapitel, in dem die Eigenschaften von Quarz-Resonatoren zusammengefaßt werden (Kapitel 3). In Kapitel 4 wird die für Reibungsexperimente zugrunde liegende Ebene-Kugel Geometrie in einem Surface Forces Apparatus untersucht und das in Kapitel 3 vorgestellte Punktkontaktmodell [LJ99] verifiziert. Die darin verwendete Methode zur

Präparation einer atomar-glatten Glimmer-Oberfläche auf einem Schwingquarz besitzt auch Relevanz für Anwendungen außerhalb dieser Arbeit, beispielsweise für die Untersuchung biologischer Systeme auf atomar glatten Oberflächen.

In dieser Arbeit wurden die Resonanzparameter des Schwingquarzes in der Zeitdomäne bestimmt. In Kapitel 5 wird dieses Verfahren und der experimentelle Aufbau vorgestellt. Es folgt eine Beschreibung des Versuchsaufbaus zu Reibungsmessungen und Kontaktmechanik-Experimenten (Kapitel 6), gefolgt von der Diskussion von Messungen verschiedener Oberflächenkombinationen (Kapitel 7). Es werden Kontakte zwischen metallischen Oberflächen diskutiert, die sich signifikant von harten und spröden Oberflächen unterscheiden. Weiterhin wird der Einfluß einer Thiol-Monolage auf das Reibungsverhalten von Gold-Oberflächen untersucht. In der Literatur [Per98, PP00, Isr91] wird Reibung häufig mit Nichtlinearitäten in Verbindung gebracht. Das Zeitdomänen-Verfahren mit Quarzresonatoren bietet eine neue Möglichkeiten, Nichtlinearitäten in Kontaktmechanik-Experimenten zu untersuchen. Während in der Literatur immer von einer exponentiell abfallenden harmonischen Oszillation ausgegangen wird [GS02], zeigen die im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Beobachtungen in Kontaktmechanik-Experimenten ein davon abweichendes Verhalten (Kapitel 8). Die Wechselwirkungen durch den mechanischen Kontakt verändern sowohl die Form jeder einzelnen Oszillation als auch das gesamte Abklingverhalten. Der Einfluß ist jedoch nur gering, so daß zur Analyse auf bereits etablierte Methoden von Störungsrechnung und nichtlinearer Dynamik [Str96] zurückgegriffen werden kann. Durch Adaption auf die Bewegungsgleichung bei Kontaktmechanik-Experimenten lassen sich nichtlineare elastische und dissipative Wechselwirkungen mit nur wenigen Annahmen explizit bestimmen. Als Ergebnis der nichtlinearen Analyse erhält man eine elastische Kraft parallel zur Scherbewegung des Quarzes als Funktion von der Auslenkung und eine Reibungskraft als Funktion der lateralen Geschwindigkeit. Das Verfahren wird auf die vorher gezeigten Messungen verschiedener Oberflächenkombinationen angewendet. Elastische Kraft und Reibungskraft zeigen materialspezifisches Verhalten für die jeweilige Oberflächenkombination.

Motiviert von einer Beobachtung bei einigen Kontaktmechanik-Experimenten wird das Verfahren der nichtlinearen Analyse verallgemeinert und in Kapitel 9 auf die Untersuchung der Dynamik granularer Medien angewendet. Granulare Medien weisen einige interessante Eigenschaften wie Fragilität und Spannungspfade auf, die sie deutlich von

Festkörpern und Flüssigkeiten unterscheiden [TW99, PC97, LNS⁺95]. Im Rahmen dieser Arbeit werden kleine Haufen von Kochsalz und Glasperlen unterschiedlichen Durchmessers untersucht. Dabei zeigen sich bei quasistatischen Haufen und der Zugabe von Körnern unterschiedliche Effekte.

In Kapitel 10 werden die Ergebnisse der nichtlinearen Analyse bei Kontaktmechanik-Experimenten und Untersuchungen an granularen Medien zusammengefaßt und diskutiert. Vor dem Hintergrund bereits bekannter Zusammenhänge werden die neuen Erkenntnisse hervorgehoben und in Form einfacher Modelle veranschaulicht.

Das Kapitel 11 stellt einen separaten Abschnitt dar, der thematisch mit den vorherigen Kapiteln nur durch die Verwendung von Quarzresonatoren in Verbindung steht. Darin wird die Kopplung von Quarzresonatoren untersucht und das Bild der gekoppelten Pendel als Modell zur theoretischen Beschreibung diskutiert.

2. Mechanische Kontakte zwischen Oberflächen

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Kontaktmechanik-Experimente finden auf der Skala von Mikro- und Nanometern statt. Zum generellen Verständnis sind daher Kenntnisse der Wechselwirkungen und der mechanischen Eigenschaften von Materialien auf diesen Längenskalen notwendig. In diesem Kapitel werden einige für diese Arbeit relevante Grundlagen zu chemischen und physikalischen Vorgängen an Oberflächen wie Adhäsion, plastische Deformation und Reibung zusammengefaßt.

2.1 Oberflächenkräfte

Oberflächenkräfte liegen der gesamten Kontaktmechanik zugrunde. In Tabelle 2.1 (nach [Bhu95]) wird eine Auswahl von Wechselwirkungen an und zwischen Oberflächen gegeben. Die Wechselwirkungen zwischen makroskopischen Körpern werden häufig von elektrostatischen und *van der Waals Kräften* dominiert. Auf kleineren Längenskalen (wenige nm) kommen zusätzlich strukturell bedingte Wechselwirkungen zum Tragen [Isr91]. Unter dem Begriff "van der Waals" werden mehrere verschiedene Wechselwirkungen (Keesom, Debye, London) zusammengefaßt, die alle durch Polarisation zwischen Molekülen erzeugt sind. Die van der Waals Wechselwirkung (attraktiv) weist eine Abstandsabhängigkeit von r^{-6} auf (Das abstoßende Potential, das den Gleichgewichtszustand garantiert, ist sehr steil und wird meistens mit r^{-12} oder $e^{-r/a}$ angegeben[Vog74]). Die Keesom Wechselwirkung beruht auf der Wechselwirkung zwischen permanenten Dipolen und kann mittels klassischer Elektrodynamik erklärt werden. Induziert ein permanenter Dipol eine Polarisation in einem polarisierbaren Material, was in einer attraktiven Wechselwirkung resultiert, so spricht man von Debye-Wechselwirkung, die ebenfalls rein klassisch erklärt werden kann.

Tabelle 2.1: Auswahl einiger Arten von Oberflächenkräften (nach [Blu95], Seite 269).

Art der Kraft	Unterklasse	Eigenschaften
attraktiv		
van der Waals	Dispersionswechselwirkung induzierte Dipole Casimir-Effekt	allgegenwärtig, im Vakuum und in Flüssigkeiten
elektrostatisch	Coulombkraft Ionenbindung Wasserstoffbrückenbindung Ladungs-Transfer Wechselwirkung	starke Kraft mit großer Reichweite
quantenmechanisch	kovalente Bindung metallische Bindung Austauschwechselwirkung	Kräfte mit kurzer Reichweite, verantwortlich für die Bindungen zwischen kristallinen Oberflächen
hydrophob	attraktive Hydratationskraft	starke, offenbar langreichweitige Kraft, Ursprung unbekannt
Ionen-Korrelation	van der Waals Kraft polarisierbarer Ionen	mobile Ladungen an Oberflächen in polaren Lösungsmitteln
Solvation	oszillatorische Kraft	entropischen Ursprungs
spezifische Bindung	Rezeptor-Ligand-WW. Antikörper-Antigen-WW.	
repulsiv		
quantenmechanisch	Hard-core sterische Abstoßung Born-Abstoßung	Kräfte, die kovalente- und Ionenbindungen stabilisieren
van der Waals	van der Waals Abstoßung	
elektrostatisch		
Solvation	oszillatorisch strukturell Hydratation	repulsive Kräfte, verursacht, wenn Lösungsmittel- moleküle an Oberflächen binden
entropisch	Osmotische Abstoßung "Doppelschicht"-Kraft thermische Fluktuation sterische Polymerabstoßung	Kräfte durch Confinement von Molekülen oder Ionen
dynamisch		
	hydrodynamisch viskos Reibung	zwischen bewegten Oberflächen

Die London-Dispersions-Energie beruht dagegen auf einem quantenmechanischen Effekt, bei dem fluktuierende Dipolmomente Polarisierungen in Nachbarmolekülen induzieren.

Um die Wechselwirkung von Oberflächen unterschiedlicher Geometrie zu quantifizieren, wird oft die *Hamaker-Konstante* A_H verwendet. Die Hamaker Konstante A_H ist definiert als $A_H = \pi^2 C \rho_1 \rho_2$, wobei ρ_1 und ρ_2 die Zahl der Atome pro Einheitsvolumen ist und C die Atom-Atom Wechselwirkungskonstante aus dem Atompaaipotential $w = -C/r^6$. So gelten für Ebene-Ebene (p-p), gekreuzte Zylinder (cyl, wie im Surface Forces Apparatus

verwendet) und eine Kugel-Ebene (sp-p) Geometrien jeweils folgende Wechselwirkungsenergien:

$$W_{p-p} = -\frac{A_H}{12\pi D^2} \quad W_{cyl} = -\frac{A_H\sqrt{R_1 R_2}}{6D} \quad W_{sp-p} = -\frac{A_H R}{6D} \quad (2.1)$$

wobei D der Abstand der Oberflächen ist und R , R_1 , R_2 die Radien der Kugeln beziehungsweise Zylinder. Wie man an Gleichung 2.1 sieht, ist auf der Ebene der Wechselwirkungen die Gekreuzte-Zylinder-Geometrie äquivalent zur Ebene-Kugel-Geometrie.

Um einen Körper zu spalten, müssen die attraktiven Kräfte der Kohäsion überwunden werden. Dabei entsteht neue Oberfläche und die Arbeit, um diese zu erzeugen, ist als *Oberflächenenergie* definiert:

$$\Delta G = -2\gamma = -W \quad (2.2)$$

wobei G die thermodynamische freie Enthalpie ist, γ die Oberflächenenergie (pro Einheitsfläche) und W die für den Separationsprozess aufzuwendende Arbeit.

Bringt man zwei ebene Oberflächen des gleichen Materials A, das durch eine Flüssigkeit B getrennt ist, in Kontakt, so ändert sich die freie Enthalpie um den Betrag $\Delta G = -2\gamma_{AB}$. Der Faktor 2 entsteht dadurch, daß 2 A-B Grenzflächen vernichtet worden sind. Da nun zwei gleiche Grenzflächen miteinander verschmolzen sind, spricht man von *Kohäsion*, während man bei zwei verschiedenen Materialien von *Adhäsion* spricht.

Für die Grenzflächenenergie γ_{12} zwischen zwei verschiedenen Materialien gilt $\gamma_{12} = \frac{1}{2}(W_{11} + W_{22}) - W_{12} = \gamma_1 + \gamma_2 - W_{12}$, wobei W_{12} die Adhäsionsarbeit ist und $\gamma_i = \frac{1}{2}W_{ii}$ die Oberflächenenergie des Materials i .

Die Oberflächenenergie variiert aufgrund der des molekularen Ursprungs von Material zu Material. Die meisten Metalle besitzen eine hohe Oberflächenenergie ($\gamma > 1000$ mN/m), während die Oberflächenenergie von Polymeren und Keramiken nur gering ist ($\gamma < 100$ mN/m). Eine Möglichkeit, die Oberflächenenergie experimentell zu bestimmen ist, den Benetzungswinkel θ eines Wassertropfens auf der entsprechenden Oberfläche zu messen, sofern deren Oberflächenenergie kleiner als die Oberflächenenergie von Wasser ($\gamma_{H_2O} = 72.8$ mN/m) ist. Die Oberflächenenergie kann basierend auf der *Young-Gleichung* $\gamma_{SL} + \gamma_L \cos \theta_0 = \gamma_S$ bestimmt werden [Ada76], wobei γ_{SL} die Grenzflächenenergie zwischen fester Oberfläche und Flüssigkeit ist, und γ_S und γ_L die Oberflächenenergien der festen Oberfläche und Flüssigkeit.

Die **Derjaguin-Näherung** stellt einen Zusammenhang her zwischen der Kraft $F_{curved}(D)$

zwischen zwei gekrümmten Oberflächen (mit den Radien R_1 und R_2) im Abstand D und der Energie (pro Einheitsfläche) $W(D)$ zweier flacher Oberflächen des gleichen Materials im Abstand D

$$F_{curved}(D) \approx \int_D^\infty 2\pi \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} f(z) dz = 2\pi \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} W(D) \quad (2.3)$$

wobei $f(z)$ die Normalkraft pro Einheitsfläche zwischen zwei glatten Flächen ist, die Näherung aber nur für Abstände $D \ll R_1, R_2$ gilt.

Für einen Ebenen-Kugel-Kontakt vereinfacht sich Gleichung 2.3 zu

$$\frac{F_{sp-p}(D)}{R} = 2\pi E_f(D) = 2\pi \int_D^\infty F_{flat}(z) dz \quad (2.4)$$

2.2 Kontaktmechanik

Bringt man eine Kugel in Kontakt mit einer ebenen Oberfläche, so ist dieser Kontakt bei ideal glatten Oberflächen und ideal-starren Körpern ein Punktkontakt. Die im vorherigen Kapitel diskutierten Oberflächenkräfte und die elastische und plastische Deformierbarkeit der beiden Oberflächen führen dazu, daß sich eine endliche Kontaktfläche ausbildet (Abb. 2.1).

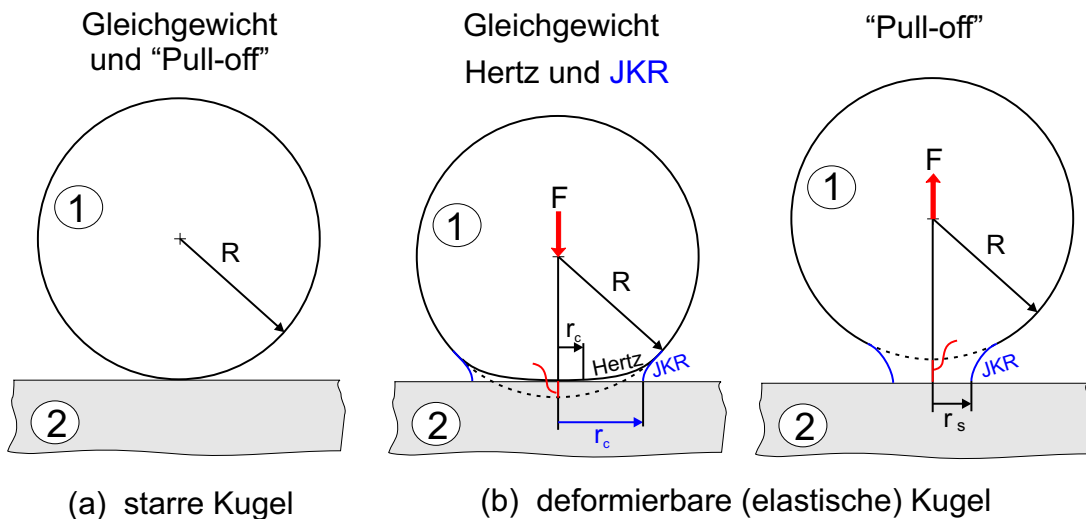


Abbildung 2.1: Schematische Skizze eines Kontaktes einer Kugel mit einer ebenen Oberfläche (Hertz oder JKR Kontakt-Modell). Die Oberflächen deformieren sich und es bildet sich eine endliche Kontaktfläche.

Das *Hertz*-Modell [Her81] berücksichtigt bei einem solchen Kontakt die elastische Deformation der beteiligten Körper, vernachlässigt aber Oberflächenkräfte. Der Kontaktradius r_c zwischen einer Kugel mit Radius R und einer ebenen Fläche berechnet sich als Funktion der Last L zu

$$r_c^3 = \frac{R}{K}L \quad (2.5)$$

wobei die elastische Konstante K durch die elastischen Eigenschaften der beteiligten Materialien definiert ist zu

$$\frac{1}{K} = \frac{3}{4} \left\{ \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \right\} \quad (2.6)$$

mit dem Elastizitätsmodul E_i und der Poisson-Zahl ν_i des Materials i .

Werden die kurzreichweitigen Oberflächenkräfte W_{12} zwischen den beiden Oberflächen berücksichtigt, so berechnet sich der Kontaktradius für einen Ebene-Kugel Kontakt nach der *Johnson-Kendall-Roberts (JKR)* Gleichung [JKR71] unter der Annahme von rein elastischer Deformation zu

$$r_c^3 = \frac{R}{K} \left(L + 3\pi W_{12} R + \sqrt{6\pi W_{12} R L + (3\pi W_{12} R)^2} \right) \quad (2.7)$$

Hierbei ist die Wechselwirkungsenergie $W_{12} = 2\gamma_{SV}$ mit der Grenzflächenenergie γ_{SV} . Für $\gamma_{SV} = 0$ vereinfacht sich die JKR-Gleichung zur Hertz-Gleichung (2.5). Die JKR-

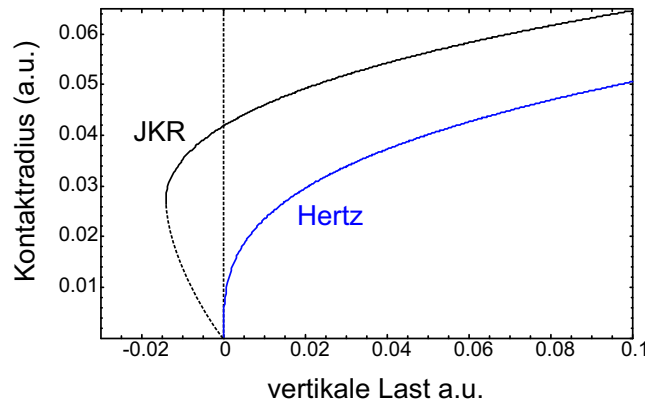


Abbildung 2.2: Kontaktradius nach Hertz- und JKR-Modell

Gleichung trägt der Tatsache Rechnung, daß selbst ohne Last, bedingt durch eine attraktive Oberflächenwechselwirkung eine endliche Kontaktfläche r_0 entsteht (Abb. 2.2)

$$r_0^3 = \frac{6\pi R^2 W_{12}}{K} \quad (2.8)$$

Nähert man die zwei Oberflächen vorsichtig einander an, so springen diese bei einer kritischen Distanz spontan in Kontakt (Instabilität). Die kritische Distanz hängt dabei von der Geometrie (Krümmungsradius) und den Oberflächenenergien ab. Umgekehrt trennen sich die Oberflächen erst wieder bei $r_{po} = 0.63r_0$ voneinander, wenn man sie mit der Kraft $F_p = -3\pi R\gamma_{SV}$ auseinanderzieht.

Die zentrale Abplattung δ im Kontakt (Abb. 2.1) ergibt sich nach [Isr91] zu

$$\delta = \frac{r_c^2}{R} \left[1 - \frac{2}{3} \left(\frac{r_0}{r_c} \right)^{3/2} \right] \quad (2.9)$$

Bei Kontakten zwischen harten Materialien ist zu erwarten, daß sich die Oberflächen kaum deformieren. Die *Derjaguin-Muller-Toporov Theorie (DMT)* berücksichtigt langreichweitige adhäsive Kräfte bei harten Oberflächen und liefert für den Kontaktradius ohne äußere Last (nur Adhäsion)

$$r_0^3 = \frac{2\pi R^2 W_{12}}{K} = \frac{1}{3} r_{JKR}^3 \quad (2.10)$$

Die Kontaktfläche ist bei der DMT-Theorie kleiner als bei der JKR-Theorie, weil die elastische Deformation nicht berücksichtigt wird. Zudem wird eine Trennung der beiden Flächen für $r_c = 0$ und $F_p = 2\pi R W_{12}$ erreicht.

Die reale Situation liegt meist zwischen der JKR und der DMT Beschreibung.

2.3 Reibung

Reibung ist ein sehr vielfältiges Phänomen, das für makroskopische Körper durch einfache Gesetze beschrieben werden kann. Obwohl bereits seit mehreren hundert Jahren daran geforscht wird, gibt es bis heute keine mikroskopische Theorie, die die molekularen Ursprünge und gleichzeitig die breite Anwendbarkeit auf makroskopische Probleme erklärt. Es gibt jedoch zahlreiche Untersuchungen zu Teilaspekten und Spezialfällen. Die der Reibung zugrunde liegenden Mechanismen sind vielfältig und reichen von Phasenübergängen organischer Filme in eingeschränkter Geometrie [Kle98, YCI93] über Erzeugung von Phononen und plastischer Deformation bis hin zu elektronischen Anregungen und dem Ladungstransfer an Metall-Isolator-Grenzflächen [BP00]. In diesem Abschnitt soll ein kurzer Überblick der Phänomenologie von Reibung zwischen Festkörperoberflächen gegeben werden.

2.3.1 Gleitreibung

Bereits Experimente von Leonardo da Vinci, Amontons und Newton [Dow79] zeigten, daß die Reibungskraft F_R beim Gleiten eines Blocks auf einer Oberfläche (Abb. 2.3) direkt proportional zur Normalkraft F_N ist. Dabei ist der Reibungskoeffizient μ die Pro-

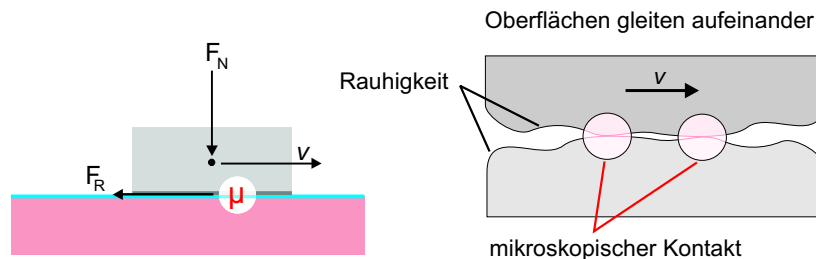


Abbildung 2.3: Ein Block gleitet auf einer Unterlage. Dabei ist die Reibungskraft $F_R = \mu F_N$ der Bewegung entgegengesetzt (Coulomb-Gesetz).

portionalitätskonstante zwischen Reibungskraft und Normalkraft (*Coulomb-Gesetz* bzw. *Amontons III*)

$$F_R = \mu \cdot F_N \quad (2.11)$$

Der Reibungskoeffizient μ ist materialspezifisch, hängt aber auch anderen Parametern wie beispielsweise der Rauigkeit und der Luftfeuchtigkeit ab. Dieses phänomenologische Gesetz zeigt eine erstaunlich breite Anwendbarkeit und wurde vielfach experimentell bestätigt, wie beispielhaft Abb. 2.4 für Gleitreibung von Papier auf Papier zeigt.

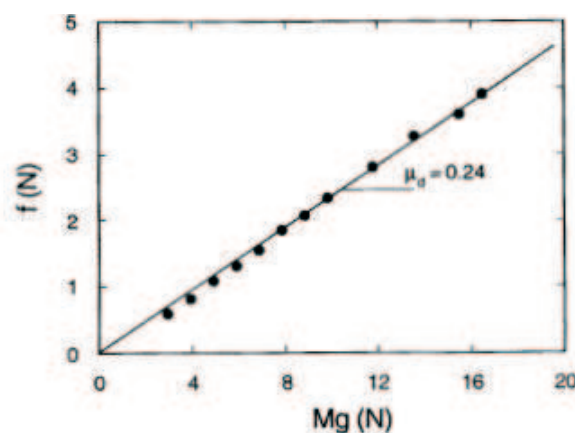


Abbildung 2.4: Bei der Gleitreibung von Papier auf Papier ist die Reibungskraft f direkt proportional zur Normalkraft Mg , aus [BHP94].

Es wird zwischen Haft- und Gleitreibung (engl.: "static" und "kinetic friction") unterschieden. Der Reibungskoeffizient μ ist für Haftreibung etwas größer als für Gleitreibung [Per98], da erst eine kritische Spannung überwunden werden muß, um einen Körper zum Gleiten zu bringen. Dann gleitet dieser entweder bei gleichbleibender Kraft weiter oder vollführt eine "Stick-Slip" Bewegung. Typische Werte für Reibungskoeffizienten der in dieser Arbeit verwendeten Materialkombinationen sind in Tabelle 2.2 aufgeführt.

Tabelle 2.2: Haft-Reibungskoeffizienten für in dieser Arbeit verwendete Materialien aus [Wea83].

Material	Umgebung	μ
Gold auf Gold	H ₂ oder N ₂	4.0
Gold auf Gold	Luft oder O ₂	2.8
Gold auf Gold	Wasserdampf	2.5
Silber auf Silber	Luft, Wasserdampf	1.5
Glas auf Glas	sauber	0.9–1.0
Glas auf Metall	sauber	0.1–0.15
Glimmer auf Glimmer	frisch gespalten	1.0
Glimmer auf Glimmer	kontaminiert	0.2–0.4
PTFE Substrat		0.02–0.05

Gleichung 2.11 impliziert, daß die Reibungskraft unabhängig von makroskopischer Kontaktfläche und Gleitgeschwindigkeit ist. Dies ist zunächst nicht direkt einsichtig, zumal es bei "hydrodynamischer Reibung" eine explizite Abhängigkeit sowohl von der Fläche als auch der Geschwindigkeit gibt. (Ausgedrückt durch die Stokes-Reibung mit $F_R = 6\pi\eta Rv$ für die Reibungskraft auf eine Kugel mit dem Radius R , die sich mit der Geschwindigkeit v in einer Flüssigkeit mit der Viskosität η bewegt.)

Die Unabhängigkeit von der Kontaktfläche bei trockener Reibung wird von *Bowden und Tabor* [BT73] auf die Tatsache zurückgeführt, daß bedingt durch die mikroskopische Beschaffenheit der Oberflächen die wahre Kontaktfläche A_{wahr} ungleich der scheinbaren (makroskopischen) Kontaktfläche $A_{scheinbar}$ ist ($A_{wahr} \ll A_{scheinbar}$, Abb. 2.3). Im Gleichgewicht ist die Normalkraft gleich der Fließspannung σ_y (Nachgiebigkeit) des Materials, multipliziert mit der wahren Kontaktfläche, d.h. $F_N = \sigma_y \cdot A_{wahr}$. Die Reibungskraft berechnet sich mit der kritischen Scherspannung σ_c , die man zum Gleiten aufwenden muß,

zu $F_R = \sigma_c \cdot A_{wahr}$. Das Verhältnis beider Kräfte $\mu = \sigma_c / \sigma_y$ ist unabhängig von der Kontaktfläche.

Im Fall von Adäsion zwischen den beiden Oberflächen beschreibt das Gesetz von Coulomb die Reibungskraft in Abhängigkeit von der Last nicht mehr adäquat, da auch ohne Last eine nichtverschwindende Reibungskraft vorhanden ist [YCI93]. Daher muß das Gesetz von Coulomb um einen additiven Term $F_{R,0}$ zu $F_R = F_{R,0} + \mu \cdot F_N$ erweitert werden. $F_{R,0}$ hängt dabei von der Oberflächenenergie ab. Der Reibungskoeffizient ergibt sich nun zu $\mu = \frac{dF_R}{dF_N}$.

Experimentell wurde eine Proportionalität von Reibungskraft und *Adhäsionshysterese* beobachtet [CHI91]. Die Adhäsionshysterese ist als Differenz $\Delta\gamma = \gamma_A - \gamma_R$ der Oberflächenenergien bei Annäherung γ_A und Trennung γ_R definiert. Der zugrunde liegende Zusammenhang ist in Abb. 2.5 skizziert.

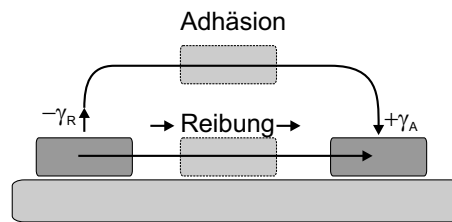


Abbildung 2.5: Zusammenhang von Reibung und Adhäsionshysterese.

Wird ein Block an einer (weichen) Feder mit konstanter Geschwindigkeit v_s über eine Substrat-Oberfläche gezogen, so kann in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit und der Stärke der Feder *Stick-Slip* auftreten (Abb. 2.6). Zunächst bleibt der Block auf der Oberfläche haften (*Stick*), und nur die Feder expandiert. Dabei steigt die Federkraft an. Überschreitet die Federkraft die Haftreibungskraft, so beginnt der Block zu gleiten (*Slip*), da der Reibungskoeffizient für die Gleitreibung meist kleiner ist als für Haftreibung. Die Feder verkürzt sich wieder und die Federkraft nimmt ab. Ebenso nimmt die Geschwindigkeit ab und unterhalb einer kritischen Geschwindigkeit kommt der Block zum Stillstand und haftet wieder am Substrat.

Das Phänomen des Stick-Slip ist weit verbreitet. Bei Streichinstrumenten bringt Stick-Slip eine mit dem Bogen angestrichene Saite zum Klingen. Quietschende Kreide an der Tafel und singende Wassergläser sind weitere Beispiele aus dem Alltagsleben. Stick-Slip kann verhindert werden, indem man die laterale Steifigkeit des Systems erhöht – im

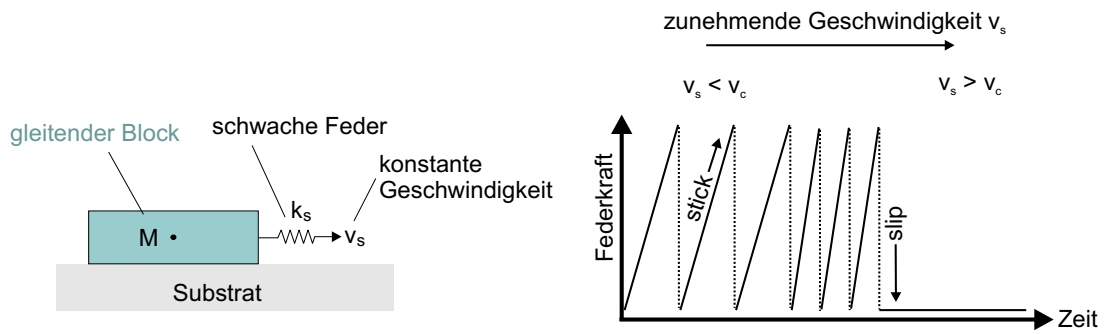


Abbildung 2.6: Hat das System eines Feder-Masse-Gleiters (links) eine kleine laterale Federkonstante, so tritt unterhalb der kritischen Geschwindigkeit v_c Stick-Slip auf (rechts, schematisch).

gezeigten Beispiel eine härtere Feder verwendet. Stick-Slip auch tritt zwischen atomar glatten Oberflächen (z.B. Glimmer) auf, was durch das *Cobblestone-Modell* erklärt werden kann. Das Cobblestone-Modell [Tab82, HIGM89, IC94] betrachtet die Reibungsphänomene zwischen zwei atomar-glatten kristallinen Festkörpern auf der mikroskopischen Skala unter Beachtung der molekularen Wechselwirkungen. Abb. 2.7 zeigt eine typische Situa-

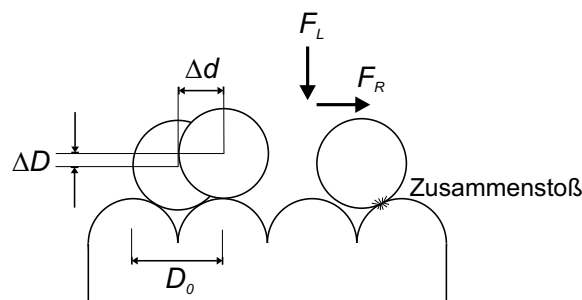


Abbildung 2.7: Cobblestone-Modell (nach [Per98])

tion: Wenn die obere Fläche lateral um die Entfernung Δd bewegt wird, muß sie auch um ΔD angehoben werden, bevor sie gleiten kann (Slip). Beim Zusammenstoß wird ein gewisser Teil der kinetischen Energie auf die untere Oberfläche übertragen. Nach einer gewissen Zahl von Zusammenstößen kommt es zum Stick und Oberflächenkräfte halten die Oberflächen zusammen. Gemäß dem Cobblestone-Modell hat die Reibkraft F_R keine Abhängigkeit von der lateralen Gleitgeschwindigkeit.

Es kommt aber auch zum Stick-Slip, wenn sich ein dünner organischer Film (beispielsweise Hexadekan) zwischen den beiden Oberflächen befindet (Abb. 2.8). Hierbei tritt die Haftung (Stick) dadurch ein, daß sich bedingt durch die eingeschränkte Geometrie feste

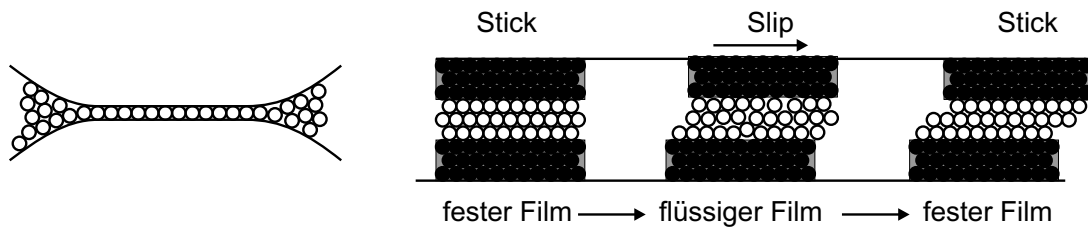


Abbildung 2.8: Stick-Slip mit einem dünnen Film zwischen zwei gegeneinander gleitenden Blöcken (nach [Kle98]).

Inseln im vorher flüssigen Film bilden. Durch ansteigende Scher-Spannung verflüssigen sich diese wieder und der Block kann gleiten. Unterhalb einer kritischen Geschwindigkeit kristallisieren die festen Inseln aus, und der Block haftet [Per96, PP00]. Wird die Gleit-

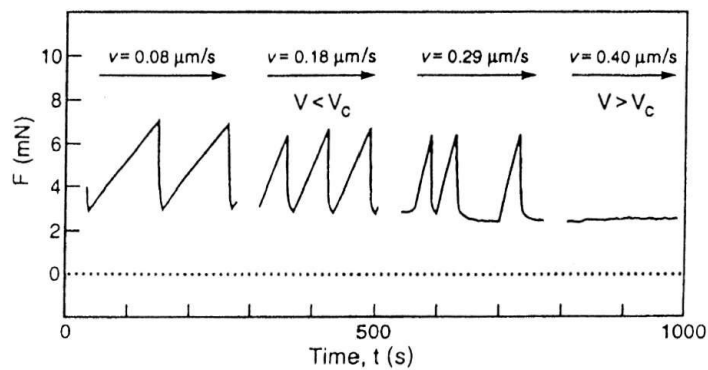


Abbildung 2.9: Stick-Slip bei einem Hexadekan-Film aus [YCI93]

geschwindigkeit zu hoch, bleibt nicht genügend Zeit für die Ausbildung der festen Inseln und der Stick-Slip bleibt aus (Abb. 2.9).

Gleitreibung ist häufig mit *Verschleiß* (engl. "wear") verbunden. Beim Gleiten zweier Oberflächen aufeinander kommt es zu Kollisionen von Unebenheiten beider Oberflächen, wodurch je nach Art der Oberflächenmaterialien kleine Partikel abgespalten werden. Verschleiß läßt sich durch Schmiermittel (engl. "lubricants") zwischen den gleitenden Oberflächen herabsetzen. Im Fall von makroskopisch dicken Schmiermittelfilmen verhindert die Flüssigkeit den Kontakt zwischen den gleitenden Oberflächen (elasto-hydrodynamische Reibung). Bei molekular-dünnen Filmen, wie z.B. den in Festplatten-Laufwerken eingesetzten Perfluoropolyethern, wirken andere Mechanismen, die im Detail unverstanden sind.

2.3.2 Rollreibung

Neben der Gleitreibung gibt es auch Reibung zwischen Körpern, die nicht gegeneinander gleiten, sondern nur aufeinander abrollen. Sie wird als Rollreibung bezeichnet [HBPB99, Joh85, TD95]. Beim Abrollen der Kugel auf dem Substrat kommt es zu dissipativen (und irreversiblen) Prozessen im Kontaktbereich (Abb. 2.10). Es gibt ein ähnliches phänomenologisches Reibungsgesetz wie bei der Gleitreibung (Formel 2.11), allerdings tritt an die Stelle der Reibungskraft ein Drehmoment M_R , das der Zugkraft entgegenwirkt.

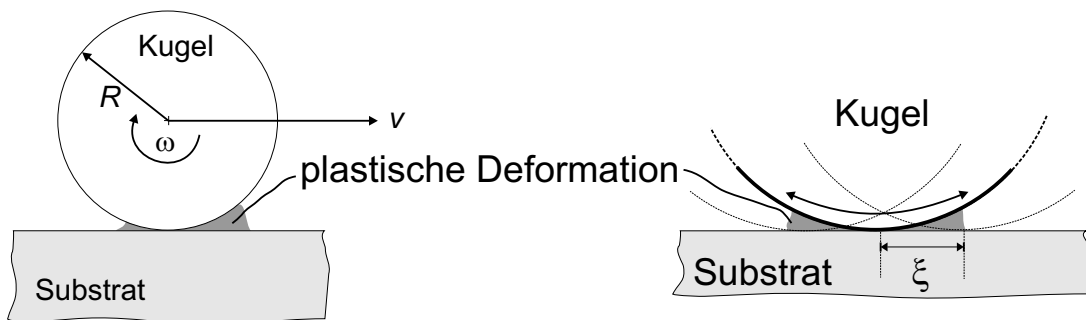


Abbildung 2.10: Rollreibung beim Abrollen einer Kugel auf einem ebenen Substrat (links) und Oszillation mit kleiner Amplitude (rechts).

In der Technik wird das (phänomenologische) Reibungsgesetz für Rollreibung (ohne Schlupf, d.h. $v = \omega \cdot R$) mit

$$|M_R| = \mu_R |F_N| \quad (2.12)$$

angegeben, wobei F_N die Normalkraft ist und μ_R die Rollreibungszahl mit der Einheit m. Für ein rollendes Stahlrad auf Stahl ergibt sich beispielsweise $\mu_R = 5 \cdot 10^{-4}$ m.

Mikroskopisch entsteht M_R durch die unterschiedlichen Druckverteilungen auf der Druck- und Zugseite (Abb. 2.10 links). Dabei spielt plastische Deformation des Materials in dem Spalt zwischen Kugel und Substrat eine wichtige Rolle. In [HBPB99, TD95] wird die Reibungskraft für Rollreibung zwischen sphärischen Oberflächen mit

$$F_R = 6\pi\gamma\xi \quad (2.13)$$

angegeben, wobei γ die Oberflächenenergie ist. ξ ist die kritische Verschiebung beim Rollen, bis es eine irreversible Veränderung in der Kontaktzone gibt.

Rollreibung ist um Größenordnungen kleiner als Gleitreibung [HBPB99, TD95]. So ist

beim Rollen von Stahl auf Stahl für ein Stahlrad mit 1 m Radius das Verhältnis von Roll- zu Gleitreibungskraft 10^{-3} . Diesen Vorteil nutzen Kugellager aus.

2.4 Plastische Deformation

Unter hinreichend großen mechanischen Spannungen vorformen sich Festkörper plastisch. Im mechanischen Zugversuch, bei dem eine Zugspannung auf das jeweilige Material einwirkt, zeigt sich oft zunächst ein lineares Verhältnis zwischen Spannung und Dehnung. Dieses lineare Verhalten wird durch das Hooke'sche Gesetz $\sigma = E \cdot \epsilon$ beschrieben, wobei E der Elastizitätsmodul ist (i.A. sind σ und ϵ Tensoren 2. Stufe, und E ein Tensor 4. Stufe). Federstahl hat einen Elastizitätsmodul von über 200 GPa und Holz von 15 GPa. Bei größerer Dehnung zeigt sich ein charakteristisches, materialabhängiges Verhalten (Abb. 2.11). Spröde Materialien, wie beispielsweise Glas und Keramik, behalten ein weitgehend lineares Verhalten bei, bis sie schließlich ohne Vorwarnung zerbrechen. Duktile Metalle wie Kupfer oder Gold (kubisch-flächenzentriertes Kristallgitter) oder auch viskoelastische Materialien wie Polymere beginnen ab einer gewissen Spannung sich plastisch zu verformen, wodurch das Material innere Spannung abbaut.

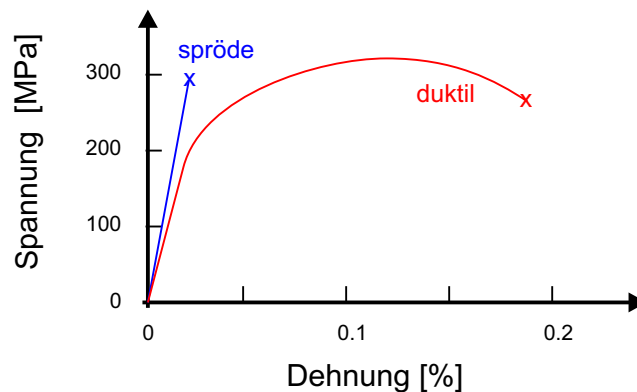


Abbildung 2.11: Schematisches Spannungs–Dehnungs-Diagramm für spröde, harte (z.B. Keramik) und plastisch verformbare Materialien (z.B. duktile Metalle) im Vergleich.

Bei vielen Werkstoffen hängen die konkreten Materialeigenschaften von der Mikrostruktur (Einkristall, Polykristall, Mischphasen, Ausscheidungen ...) ab. Deshalb ist die gezielte Beeinflussung der Mikrostruktur ein zentrales Thema der Materialforschung. Die plastische Deformation von polykristallinen duktilen Metallen beruht beispielsweise mitunter auf dem Abgleiten von Versetzungen auf "Gleitebenen" in den einzelnen Kristal-

liten (Abb. 2.12). Dies geschieht schon bei wesentlich geringeren Schubspannungen als den für das Verschieben ganzer undeformierter Netzebenen erforderlicher Spannungen, da dafür das Aufbrechen aller Bindungen nötig wäre. Um die Eigenschaften polykristalli-

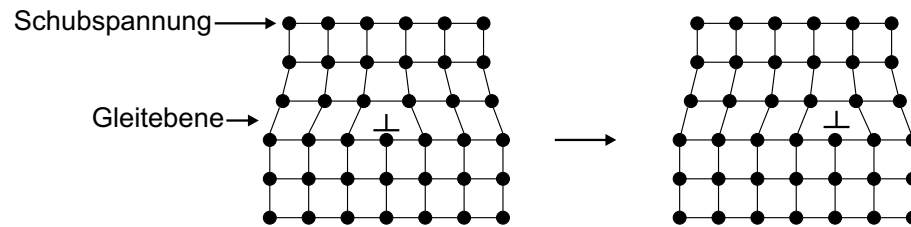


Abbildung 2.12: Beim Anlegen einer Schubspannung wandert eine Versetzung auf einer Gleitebene durch den Kristall. Dazu muß nur eine Bindung getrennt und eine neue geschlossen werden.

ner Materialien zu erklären, ist das Verständnis seiner einkristallinen Komponenten auf der Nanometer-Skala ein wichtiger Schritt. So zeigen Simulationsrechnungen von [BL97], daß beim Auseinanderziehen eines Natriumkristalls sich dieser plastisch deformiert (Abb. 2.13, links). Bevor der Kontakt ganz abreißt, bildet sich ein Nano-Draht, bei dem der Kontakt aus nur einem Atom besteht.

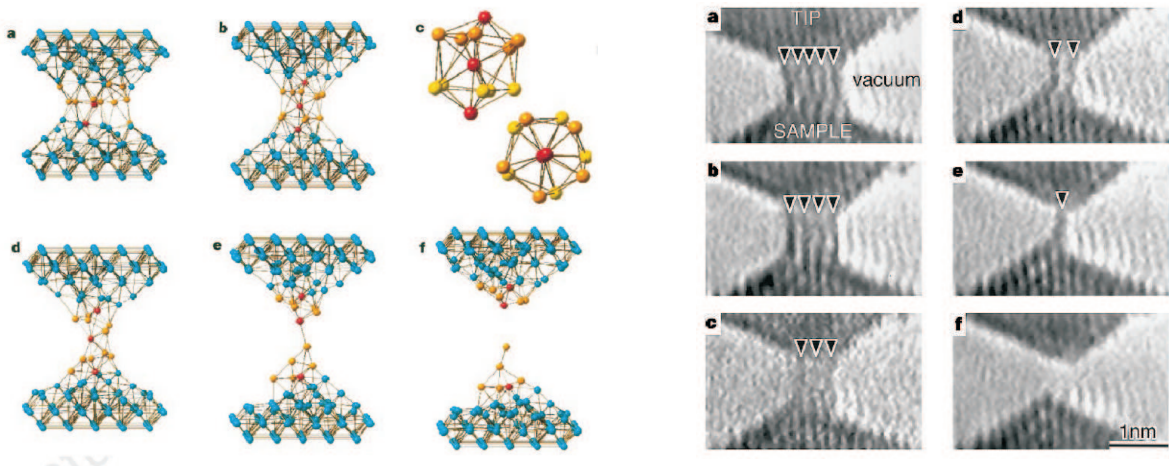


Abbildung 2.13: Links: Beim Auseinanderziehen von Natrium bildet sich aufgrund von Adhäsion und plastischer Deformation ein Nano-Draht, Simulationsrechnung aus [BL97]. Rechts: Beim Auseinanderziehen eines Gold–Gold Kontaktes bilden sich Nano-Drähte. Bei den von [OKT98] durchgeführten Experimenten im UHV wurde der Kontakt mit einer STM-Spitze realisiert und mit Elektronenmikroskopie von der Seite abgebildet.

Die theoretischen Simulationen werden durch experimentelle Beobachtungen, wie zum Beispiel von [OKT98] (Abb. 2.13) an Gold, bestätigt. Dort wurde ein Gold–Gold Kontakt

dadurch hergestellt, daß eine mit Gold bedampfte Spitze eines Rastertunnelmikroskopes mit einem Gold-Substrat im Ultrahochvakuum (UHV) in Kontakt gebracht wurde. Das Auseinanderziehen wurde von der Seite mit einem Elektronenmikroskop beobachtet. Beim Auseinanderziehen bilden sich zunächst Brücken aus vielen Atomen zwischen den Kontakten und schließlich Goldfäden, die schließlich nur noch aus einer ein-atomigen Kette bestehen und eine dafür charakteristische quantisierte Leitfähigkeit zeigen[OKT98]. Die Ausbildung von Goldfäden beruht auf der Kohäsion der Goldatome untereinander und kann aufgrund der guten Adhäsion auch bei Kontakten mit anderen Metallen (Nickel [Bhu95]) beobachtet werden.

2.5 Instrumente der Nano-Tribologie

2.5.1 Rasterkraftmikroskop

Das Rasterkraftmikroskop (Atomic Force Microscope, AFM) [BQG86, PBH90, Wie94] gehört wie das Rastertunnelmikroskop (Scanning Tunneling Microscope, STM) zu der Gruppe der Rastersondenmikroskope, die mit ihrer lateralen Positioniergenauigkeit von unter 1 nm eine Möglichkeit zur Untersuchung von Eigenschaften auf molekularer Ebene bieten. Dabei wird ein 100 - 200 μm langer Biegebalken (Cantilever) mit einer schar-

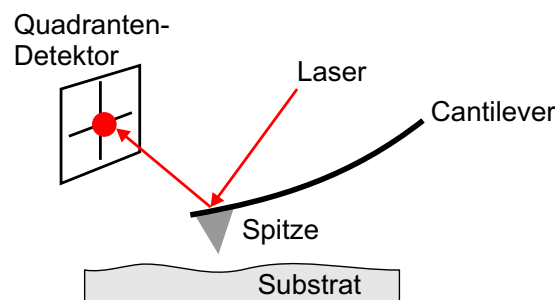


Abbildung 2.14: Rasterkraftmikroskop (schematisch)

fen Spitze (10 - 100 nm Radius) mit Piezo-Aktuatoren über eine Oberfläche geführt und aufgrund der Wechselwirkungen ausgelenkt. Diese Auslenkung des Cantilevers wird über die Reflexion eines Laserstrahls mittels eines Quadrantendetektors gemessen [AHM⁺89, MA88]. Durch Abrastern der Oberfläche kann so ein Bild der Oberflächentopographie gewonnen werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde das AFM nur im Topographie-Modus

zur Charakterisierung der Oberflächenrauigkeiten benutzt. Einige Weiterentwicklungen wie beispielsweise der Reibungsmodus (Friction Force Microscope, FFM), bei dem nicht die Durchbiegung, sondern die Verdrehung des Cantilevers gemessen wird, machen das AFM für Reibungsmessungen besonders attraktiv. Es gibt jedoch auch Nachteile, die die Anwendbarkeit für Reibungsmessungen einschränken: Oftmals sind die Geometrie des Substrat/Spitze-Kontaktes (Abrieb, Kontamination, Eindringen in weiche Oberflächen) und die Trajektorien der Spitze schlecht definiert. Weiterhin reicht die laterale Geschwindigkeit nur in den Bereich von $\mu\text{m/s}$, und der für mikromechanische Anwendungen interessante Bereich von bis zu m/s kann nicht erreicht werden.

2.5.2 Surface Forces Apparatus

Der Surface Forces Apparatus (SFA) wurde von Tabor, Winterton und Israelachvili entwickelt, um Kräfte zwischen Oberflächen oder Partikeln in Luft oder Flüssigkeiten zu messen. Mit diesem Gerät ist es möglich, attraktive und repulsive Normalkräfte über sechs Größenordnungen zu messen. Zahlreiche Weiterentwicklungen erweitern die Anwendbarkeit auch auf die Messung von lateralen Kräften (J. Klein, S. Granick) und auf Messungen mit flüssigen Oberflächen (R. Horn). Neben einer hohen Empfindlichkeit bietet der SFA den Vorteil einer optischen Kontrolle des Kontaktbereiches, der bei Verwendung von frisch-präparierten Glimmer-Oberflächen zudem sehr gut definiert ist. Der Abstand kann dabei durch die Verwendung von Weißlichtinterferometrie mit einer Genauigkeit im Angström-Bereich bestimmt werden. Der Surface Forces Apparatus wird im Detail im Kapitel [4.1](#) beschrieben.

3. Schwingquarze

Schon seit fast 200 Jahren ist bekannt, daß eine mechanische Deformation einiger kristalliner Materialien eine dazu proportionale elektrische Polarisierung erzeugt. Dieser Effekt wird als Piezo-Effekt (abgeleitet von gr. piezo = ich drücke) bezeichnet und ist auch umkehrbar: Eine elektrische Spannung führt bei einigen kristallinen Materialien, zum Beispiel bei Quarz, zu mechanischen Spannungen, die wiederum eine Deformation nach sich ziehen. Piezoelektrizität findet Verwendung in vielen Gebieten in Wissenschaft und Technik. Einerseits bemüht man sich bei der Suche nach leistungsfähigen Aktuatoren darum, Materialien zu finden, die einen möglichst großen piezoelektrischen Effekt zeigen, wie beispielsweise Barium-Titanat. Ein anderer Anwendungsbereich ist die Konstruktion von Resonatoren hoher Güte (Schwingquarze). Diese werden als Frequenznormale in der Funk- und Hochfrequenztechnik [Vig99] angewendet. Hatte man bisher die Schwingquarze aus natürlichen SiO₂-Einkristallen (Bergkristall) gewonnen, so machte steigender Bedarf, Abhängigkeit von natürlichen Lagerstätten und Anforderungen an gleichbleibende Qualität die Entwicklung eines Verfahrens zur synthetischen Herstellung notwendig. Bei den Bell Laboratories [LGKL73] wurde das Hydrothermalverfahren [Vig99, NB97] entwickelt. Quarz ist nach Silizium das meistproduzierte einkristalline Massenprodukt. Während in der Kommunikationselektronik eine möglichst große Frequenzkonstanz angestrebt wird ($\delta f/f \approx 10^{-9}$ ist erreichbar) kann andererseits die Abhängigkeit von externen Parametern wie Druck, Temperatur oder Dicke eines aufgetragenen Filmes genutzt werden. Derartige Sensoren sind weitverbreitet [Sau57, Sau59].

3.1 Physikalische Eigenschaften

Quarz ist eine kristalline Form von Silizium-Dioxid (SiO₂). Besonders interessant wird Quarz durch seine piezoelektrischen, mechanischen und thermischen Eigenschaften. Bei

Raumtemperatur liegt Quarz als α -Quarz mit trigonaler Kristallstruktur vor. Bei 573°C tritt eine Umwandlung in die β -Phase mit hexagonaler Kristallstruktur ein (Abb. 3.1).

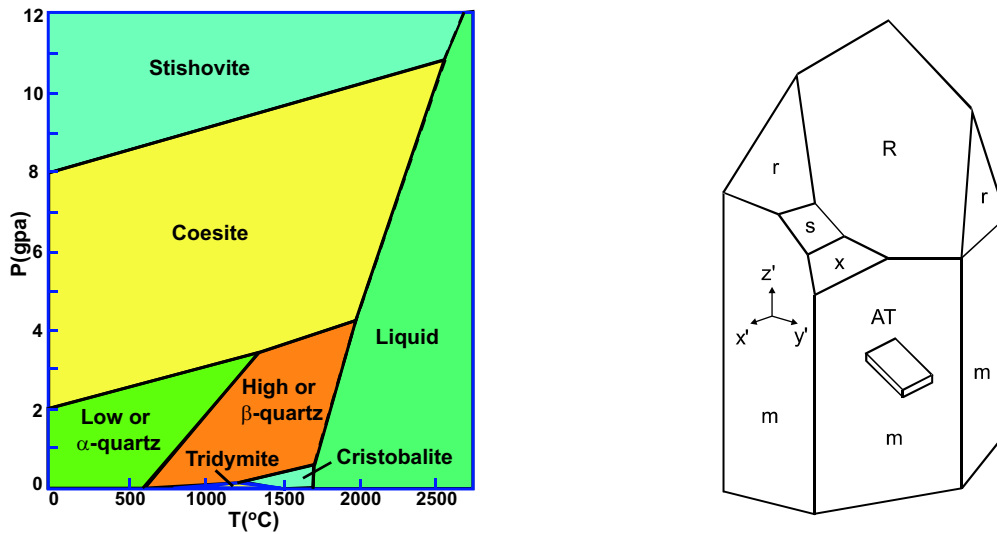


Abbildung 3.1: (links) Phasendiagramm von Quarz [Vig99]. (rechts) Linkshändiger Quarzkristall (α -Quarz) (aus [Bot82]). Gezeigt wird die um 35.25° -geneigte AT -Schnitt Fläche. R - und r - Flächen werden als Rhomben-Flächen bezeichnet. Die s - und x - Flächen sind sehr selten sichtbar. Sie ermöglichen eine Unterscheidung zwischen links- und rechtshändigem Quarz.

Beim Abkühlen von β -Quarz kommt es wegen hoher mechanischer Spannungen oft zur Verzwillingung (d.h. ehemals "linksdrehende" Quarze beinhalten Teile mit rechtsdrehendem Sinn), was zu unterschiedlichen Polaritäten des Piezoeffektes führt. Im Gegensatz zu den synthetischen Quarzen sind natürliche Quarze bei Raumtemperatur meist nicht frei von Verzwillingung. Die Anisotropie der Kristallstruktur hat zur Folge, daß weitere makroskopische Eigenschaften wie der Elastizitätsmodul, die Dielektrizitätskonstante, und die Schallgeschwindigkeit richtungsabhängig sind.

Nur der α -Quarz zeigt aufgrund von Abwesenheit eines Inversionszentrums Piezoelektrizität. Das Fehlen eines Inversionszentrums ist Voraussetzung für die piezoelektrischen Eigenschaften. Zwar kann auch bei Kristallstrukturen mit Inversionszentrum durch Anlegen einer großen Spannung eine mechanische Deformation auftreten. Dabei handelt es sich aber um Elektrostriktion (ein Effekt zweiter Ordnung im elektrischen Feld), die um Größenordnungen schwächer ist als die Piezoelektrizität. Der piezoelektrische Effekt (eine mechanische Deformation führt zu einer elektrischen Polarisation D_α) wird durch die Beziehung $D_\alpha = (e_{\alpha\beta})(x_\beta) + \varepsilon_{\alpha\beta}E_\beta$ beschrieben [Bot82]. Der erste Summand beschreibt

den Einfluß des mechanischen Deformationstensors (x_β) (für den zweiten Index β gilt die "Voigt-Notation"), der zweite Summand den Effekt eines extern angelegten elektrischen Feldes \vec{E} auf die elektrische Polarisation. Die Konstanten ($e_{\alpha\beta}$) sind die piezoelektrischen Moduli, und $\varepsilon_{\alpha\beta}$ der dielektrische Tensor. Für α -Quarz hat der Tensor der Moduli nur zwei unabhängige Einträge ($\varepsilon_{11}, \varepsilon_{14}$). Bei Quarz ist die piezoelektrische Kopplung (Quotient aus elastischem und elektrischem Anteil der Schwingungsenergie) mit $\kappa^2 = 0.0080$ wesentlich kleiner als bei ferroelektrischen Hochleistungskeramiken wie Barium-Titanat ($\kappa^2 \approx 0.9$). Für die Herstellung von Frequenznormalen ist diese kleine elektromechanische Kopplung jedoch von Vorteil, da elektrische Störungen die akustische Resonanz nur unwesentlich beeinflussen. Bedingt durch die Anisotropie hängt die 3-dimensionale Schwingungsform des Resonators vom Kristallschnitt (Abb. 3.1) ab [NB97]. Im Rahmen dieser Arbeit wurden ausschließlich Dicken-Scherschwinger im sogenannten AT-Schnitt benutzt, die bei Anregung im MHz-Bereich eine im wesentlichen planparallele Scherbewegung vollführen (Abb. 3.5). Auf der Resonanz können die Tensoren zu jeweils einem einzigen effektiven elastischen Modul, einer effektiven piezoelektrischen Konstante, und einer effektiven Dielektrizitätszahl kondensiert werden.

Die Resonanzfrequenz f_0 eines Dickenscher-Resonators im AT-Schnitt wird durch seine Dicke h_q bestimmt: Auf dem Grundton entspricht die Schwingung einer stehenden Welle, wobei die Dicke des Quarzes gleich der halben Wellenlänge ist. Die Resonanzfrequenz ist dann durch folgende Gleichung gegeben:

$$f_0 = \frac{c_t}{\lambda} = \frac{c_t}{2h_q} = \frac{N_{AT}}{h_q} \quad (3.1)$$

wobei c_t die transversale Schallgeschwindigkeit ist. In der Mittelebene der Quarzscheibe befindet sich beim Grundton ein Schwingungsknoten. Bei bekannter Dicke h_q (in mm) kann die Resonanzfrequenz mit Hilfe der Frequenzkonstanten N_{AT} (Tabelle 3.1) einfach berechnet werden. Die geraden Harmonischen können aus Symmetriegründen normalerweise nicht elektrisch angeregt werden. Eine gerade Harmonische erzeugt gleiche elektrische Potentiale an der Ober- und Unterseite des Schwingquarzes, wodurch aber keine Spannung zwischen den Elektroden entsteht. Ungerade Harmonische können wegen der antisymmetrischen Polarisation mittels eines elektrischen Wechselfeldes senkrecht zur Quarzoberfläche über aufgedampfte Metallelektroden angeregt werden mit den Resonanzfrequenzen $f_n = n \cdot f_0$ mit $n=1, 3, 5\dots$

In Tabelle 3.1 werden einige für diese Arbeit relevante physikalische Konstanten von α -Quarz im AT-Schnitt aufgelistet. Dabei muß bei AT-Quarzen die Drehung aus dem System der Kristall-Achsen berücksichtigt werden (Größen mit ' gekennzeichnet [Joh91]).

Tabelle 3.1: Effektive physikalische Konstanten von kristallinem Quarz im AT-Schnitt [Bot82, NB97].

Dichte	ρ_q	2649 kg m^{-3}
Effektiver Scher-Modul	G_q	$2.957 \cdot 10^{10} \text{ Nm}^{-3}$
Effektive piezoelektrische Konstante	e'_{26}	$9.65 \cdot 10^{-2} \text{ Cm}^{-2}$
Effektive Dielektrizitätskonstante	$\epsilon_q = \epsilon'_{33}$	$40.3 \cdot 10^{-12} \text{ Fm}^{-1}$
Piezoelektrischer Deformationskoeffizient	$d'_{26} = e/G_q$	$3.21 \cdot 10^{-12} \text{ mV}^{-1}$
Piezoelektrische Kopplungskonstante	$\kappa^2 = (e'_{26}/c'_{66}\epsilon'_{33})^2$	0.0080
Frequenz-Konstante	N_{AT}	1660 kHz mm
Akustische Impedanz	$Z_q = \sqrt{\rho_q \mu_q}$	$8.77 \cdot 10^6 \text{ kg m}^{-2} \text{ s}^{-1}$

3.2 Resonanzverhalten

Eine Eigenmode eines Quarz-Resonators wird durch die Resonanzparameter (Amplitude A , Resonanzfrequenz f_0 und Dämpfung Γ_0 oder wahlweise auch Qualitätsfaktor $Q = f_0/(2\Gamma_0)$) charakterisiert. Es gibt mehrere Möglichkeiten, diese Parameter experimentell zu bestimmen. In der Anwendung als Schichtdickenmonitor ist der Quarz oft Teil des Rückkoppelkreises in einer Oszillatorschaltung. Auf diese Methode soll in dieser Arbeit nicht weiter eingegangen werden. Desweiteren kann man die Impedanz $Z = R + iX$ oder den komplexen Leitwert $Y = 1/Z = G + iB$ des Resonators als Funktion der Frequenz bestimmen. Hierzu wird ein Impedanzanalysator oder Netzwerkanalysator verwendet. Die Eigenmoden des Quarzes stellen sich in der Frequenzdomäne als Resonanzkurven dar (Abb. 3.2).

Die Resonanzparameter können mittels eines nichtlinearen Fits (Simplex- oder Levenberg-Marquardt-Algorithmus [PTVF92]) automatisiert bestimmt werden. Als Fitfunktion wird eine Lorentz-Kurve (Gleichung 3.2) benutzt [BRJ02]:

$$\begin{aligned}
 G_{fit} &= G_{max} \left[\frac{f^2(2\Gamma)^2}{(f_0^2 - f^2)^2 + (2\Gamma)^2 f^2} \cos \varphi - \frac{(f_0^2 - f^2)}{(f_0^2 - f^2)^2 + (2\Gamma)^2 f^2} \sin \varphi \right] + G_{off} \\
 B_{fit} &= G_{max} \left[-\frac{(2\Gamma)^2 f^2}{(f_0^2 - f^2)^2 + (2\Gamma)^2 f^2} \sin \varphi - \frac{(f_0^2 - f^2)}{(f_0^2 - f^2)^2 + (2\Gamma)^2 f^2} \cos \varphi \right] + B_{off}
 \end{aligned} \tag{3.2}$$

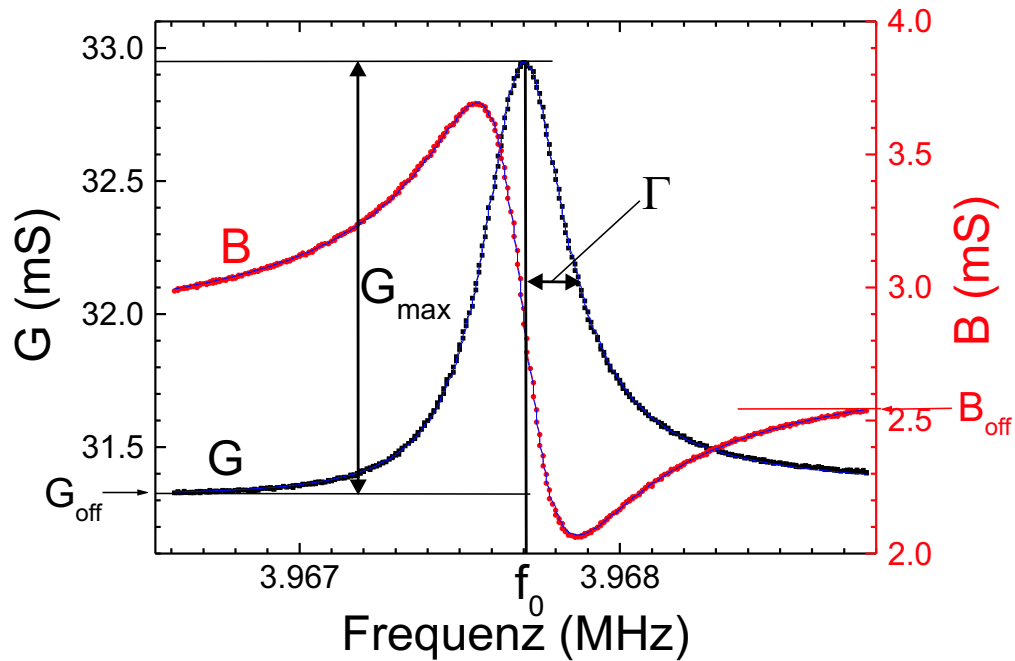


Abbildung 3.2: Mit einem Impedanzanalysator gemessene Resonanzkurve eines 1/2-Zoll Schwingquarzes im AT-Schnitt mit 4 MHz Grundton (komplexe Leitfähigkeit $G + iB$).

Die Fitparameter sind die Amplitude G_{max} , die Resonanzfrequenz f_0 , die Dämpfungskonstante Γ sowie ein Asymmetrieparameter φ . Der Asymmetrieparameter φ beschreibt eine Drehung von Real- und Imaginärteil in der komplexen Ebene, die von der Kalibration des Impedanzanalysators und von Kabellängen beeinflusst wird. Da die Amplitude u.a. von elektrischen Kontakten abhängt, ist sie in der Regel wesentlich schlechter reproduzierbar als die Resonanzfrequenz und Dämpfungskonstante. Der elektrische Widerstand R_{el} am Peak-Maximum hängt von der Halbwertsbreite $\Gamma = \delta f_{HBW}/2$, der aktiven Fläche S und der freien Fundamentalfrequenz f_{frei} ab und lässt sich abschätzen zu [Joh91]

$$R_{el} = \frac{d_q^2}{4S(e'_{26})^2} \pi Z_q \frac{\Gamma}{f_{frei}} \quad (3.3)$$

Ein Frequenz-Scan in einem größeren Fenster (mit einer Breite von 100 kHz) zeigt manchmal neben der Scher-Mode noch weitere, schwächere Resonanzen bei benachbarten höheren Frequenzen (Abb. 3.3). Diese sogenannten anharmonischen Seitenbänder sind kompliziertere Schwingungsmoden mit vertikalen Komponenten der Bewegung und Knotenlinien in der Ebene des Quarzes [Vig99]. Um eine reine Scher-Mode anzuregen muß im jeweiligen Frequenzfenster (etwa 100 kHz) die Mode mit der niedrigsten Frequenz ausgewählt werden. Zudem muß darauf geachtet werden, daß diese Mode mit Abstand den stärk-

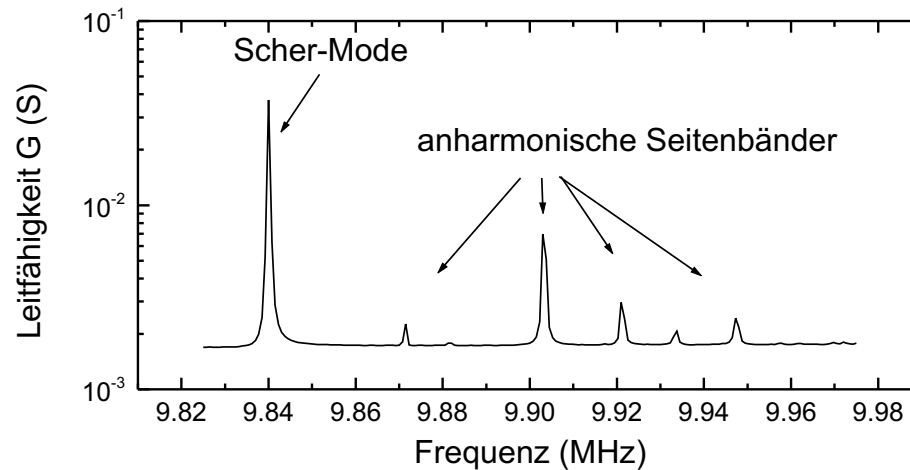


Abbildung 3.3: Anharmonische Seitenbänder bei einem Schwingquarz im AT-Schnitt [Las99]

sten Peak hat und von den benachbarten Peaks bei höheren Frequenzen mindestens zwei Halbwertsbreiten entfernt ist.

3.3 Temperaturabhängigkeit

Die Temperaturabhängigkeit der Resonanzfrequenz von Schwingquarzen hängt vom Kristallschnitt ab (Abb. 3.1). Die Temperatur-Frequenz-Kopplung wird gut durch ein Polynom 3. Ordnung beschrieben [NB97]. In Abhängigkeit vom Kristallschnitt ergeben sich bei Raumtemperatur für jeden Oberton entweder steigende, waagerechte oder fallende Tangenten. Bei einer waagerechten Tangente spricht man von Temperaturkompensation. Sie gilt jeweils nur für eine bestimmte Harmonische. Temperaturkompensation ist wichtig, da in vielen Experimenten thermische Stabilität nicht gewährleistet werden kann. Die Existenz eines Kristallschnittes mit Temperaturkompensation ist eine Eigenschaft von allergrößter praktischer Bedeutung. Da beispielsweise Silizium keinen derartigen Schnitt besitzt, ist Silizium als Material für Resonatoren von geringer Bedeutung. Die in dieser Arbeit häufig verwendeten Schwingquarze mit 1/2 Zoll Durchmesser und einem Grundton von 4 MHz waren für den Oberton bei 12 MHz temperaturkompensiert.

3.4 Schwingungsamplitude, Auslenkung und Geschwindigkeit

Die Auslenkung von Dicken-Scherschwingern an der Oberfläche wurde mit exakten Modellen von [Kan97] theoretisch berechnet. Danach ist die Amplitude A in Abhängigkeit

von der elektrischen Spannung U_{el} und dem Qualitätsfaktor Q gleich $A = C_v \cdot Q \cdot U$ mit $C_v = 1.3 \text{ pm/V}$. Borovsky [BMK00] hat in Rastertunnelmikroskopie-Experimenten die Formel von Kanazawa innerhalb eines Faktors 2 bestätigt. Dazu wurde mit dem Raster-

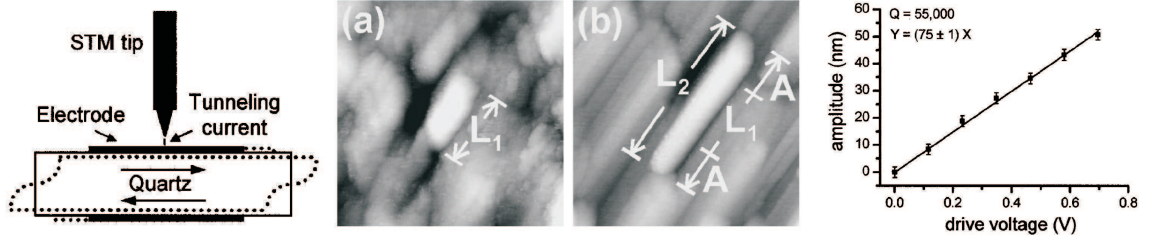


Abbildung 3.4: Messung der Schwingungsamplitude eines Quarzes im AT-Schnitt mit dem STM aus [BMK00]

tunnelmikroskop (STM) die Länge einer Struktur auf der Oberfläche eines Schwingquarzes im AT-Schnitt im ruhenden und im schwingenden Zustand gemessen (Abb. 3.4).

Hier wird anhand eines einfacheren Modells nach [MH89] und [Las99] eine Abhängigkeit für Schwingungsamplitude und Geschwindigkeit an der Quarzoberfläche hergeleitet. Die zeitabhängige mechanische Scheramplitude an der Quarzoberfläche kann durch $u(t) = u_0 e^{i\omega t}$ beschrieben werden, wobei u_0 die maximale Auslenkung aus der Gleichgewichtsposition ist. Die Geschwindigkeit ergibt sich aus der Zeitableitung $\dot{u}(t) = i\omega u_0 e^{-i\omega t}$. Eine statische elektrische Spannung U_{el} bewirkt aufgrund der Piezoelektrizität des Quarzes eine Scherung $du(z)/dz = d_{26}U_{el}/d$ und eine Scher-Amplitude (außerhalb der Resonanz) von

$$a_{off} = \frac{1}{2} d_{26} \cdot U_{el} \quad (3.4)$$

Sie ist in der Regel klein (für typische Spannungen von 100 mV ergeben sich 0.3 pm). In Resonanz wird die Amplitude um den Qualitätsfaktor $Q = f/2\Gamma$ verstärkt [Bot82]. Dabei muß noch berücksichtigt werden, daß die Verstärkung zuerst einmal auf die Scherung der Schwingungsknoten der stehenden Welle im Quarz $du(z)/dz_{max} = 2\pi u_0 \lambda = \pi u_0/d$ wirkt (Figure 6.13 in [Las99]). Unter Berücksichtigung der Obertonordnung n und der damit verbundenen Zahl der Schwingungsknoten ergibt sich dann u_0 zu

$$u_0 = \frac{1}{n} \frac{d}{\pi} \cdot \left. \frac{du(z)}{dz} \right|_{max} = \frac{1}{n\pi} \cdot Q \cdot d_{26} \cdot U_{el} \quad (3.5)$$

In Resonanz wird die Schwingungsamplitude der Scher-Bewegung also um den Faktor Q/π verstärkt und fällt mit der Obertonordnung wie $1/n$ ab. Typische Qualitätsfaktoren sind

$Q = f/2\Gamma = 10^5$. Formel 3.5 ergibt dieselben Zahlenwerte wie die Formel von Kanazawa, wenn man dort die Obertonordnung berücksichtigt.

Der Betrag der Geschwindigkeit ergibt sich aus der Multiplikation mit $\omega = 2\pi f = 2\pi n f_0$ zu $v_0 = \omega u_0$. Die Geschwindigkeit ist damit unabhängig von der Obertonordnung.

Für die in dieser Arbeit typischerweise verwendete elektrische Amplitude von -5 dBm (dBm ist eine von Dezibel abgeleitete und durch $dBm = 10 \cdot \log_{10}(U/1 \text{ mW})$ definierte Größe, wobei $0 \text{ dBm} = 1 \text{ mW} = U_{el}^2/R$ und $R = Z_{Kabel} = 50 \Omega$) ergibt sich für einen Quarz mit $f_0 = 4 \text{ MHz}$ Grundton und einer Dämpfung von 20 Hz für die 3. Harmonische (12 MHz) eine maximale Auslenkung von 8 nm und eine maximale Geschwindigkeit von 0.6 m/s. Für den gleichen Quarz ergeben sich bei der derselben Frequenz maximal erreichbare Auslenkungen und Geschwindigkeiten für die maximale Treiberleistung von 20 dBm zu etwa 140 nm und 10 m/s.

3.5 Laterale Amplitudenverteilung

Die Resonanz der Schwingquarze wird von außen über eine angelegte Wechselspannung angeregt. Dies kann ohne direkten Kontakt über einen schmalen Luftspalt erfolgen. Aus praktischen Gründen werden meistens Metallelektroden (Au, Ag, Al) auf die Quarzplatten aufgedampft (Abb. 3.5). Typische Rauigkeiten von thermisch aufgedampften Goldelektroden waren $\sigma_{rms} \approx 3 \text{ nm}$ [Las99].

Die obere Elektrode bedeckt die ganze Quarzoberfläche, während die untere Elektrode nur eine kleinere Fläche in der Mitte des Quarzes bedeckt und eine Kontaktfahne zum Rand hin besitzt ("Schlüsselloch"-Elektrode). Aus dieser Elektrodenkonfiguration resultiert das sogenannte Energy-Trapping, d.h. die Schwingungsamplitude des Quarzes besitzt lateral ein Gauss-förmiges Profil und fällt zum Rand hin auf Null ab. Daher stört eine Halterung am Rand des Quarzes die Schwingung kaum (falls der Quarz spannungsfrei eingebaut wurde). Das Energy-Trapping kann noch verbessert werden, wenn die kleine Elektrode wesentlich schwerer (dicker) als die große Elektrode ist. Das Energy-Trapping wird mit zunehmender Obertonordnung immer effektiver.

Die elektrische Wechselspannung wird nicht symmetrisch an beiden Elektroden angelegt, sondern eine Elektrode ist geerdet (meistens die große Elektrode an der Quarzoberseite) und an die andere wird die Treiberspannung angelegt. Die geerdete Elektrode kann so

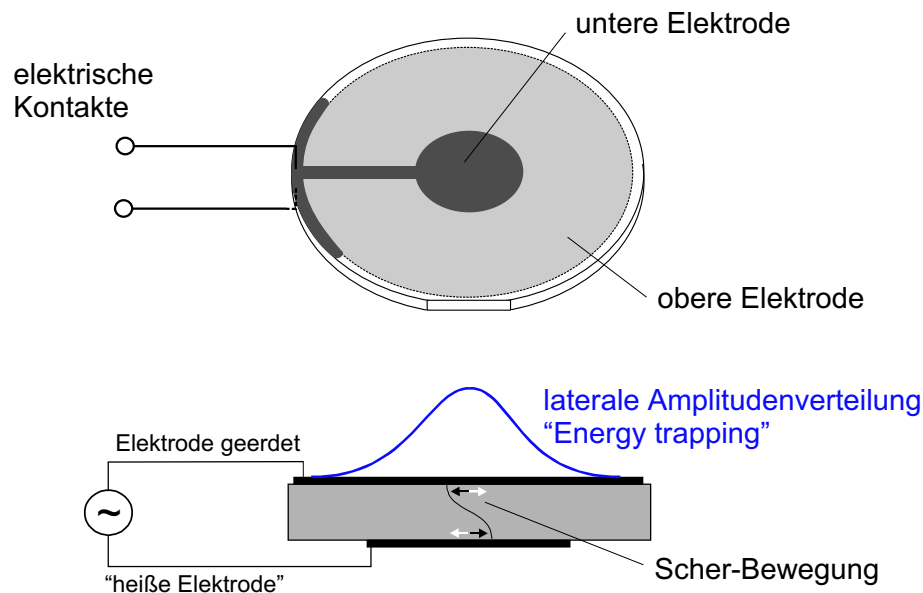


Abbildung 3.5: Quarzresonator mit aufgedampften Elektroden und lateraler Amplitudenverteilung (Energy-Trapping)

mit einer Flüssigkeit oder anderen Objekten in Kontakt kommen, ohne daß die Messung elektrisch gestört wird.

3.6 Schwingende Masse

Die schwingende Masse des Quarzes ist aufgrund der Schwingungsknoten nur halb so groß wie die gesamte Masse des Quarzes und beträgt näherungsweise [Mas48, Mas50, Joh91]

$$m \approx A_{el} \frac{Z_q}{4f_0} \quad (3.6)$$

mit der aktiven Fläche des Quarzes A_{el} und der Frequenz des Grundtons f_0 . Dabei ist die aktive Fläche des Quarzes bedingt durch das Energy-Trapping meist kleiner als die Elektrodenfläche. Typische Werte für einen Quarz mit 5 mm Elektrodendurchmesser und einem 4 MHz Grundton betragen $m \approx 4 \cdot 10^{-5} kg$. Für kontaktmechanische Experimente sind "kleine" Massen wünschenswert, da alle beobachteten Effekte mit der inversen Masse des Quarzes skalieren.

3.7 Elektrisches Ersatzschaltbild

Quarzresonatoren stellen aufgrund ihrer piezoelektrischen Eigenschaften elektro-akustische Koppler dar, wobei den elektrisch gemessenen Größen die akustischen (mechanischen)

Größen entsprechen. Daher sind auch elektrische Ersatzschaltbilder für Quarzresonatoren von Interesse. Die exakten Ersatzschaltkreise beschreiben die akustischen Anschlußbedingungen an der Vorder- und Rückseite des Quarzes und werden in [Thu84, Joh99] ausführlich diskutiert. Mit einigen Näherungen lassen sich die relativ komplizierten Ersatzschaltkreise wesentlich vereinfachen. Für einen frei schwingenden Quarz (Quarz-Scheibe mit Elektroden) erhält man den *Butterworth–van Dyke* Ersatzschaltkreis (Abb. 3.6).

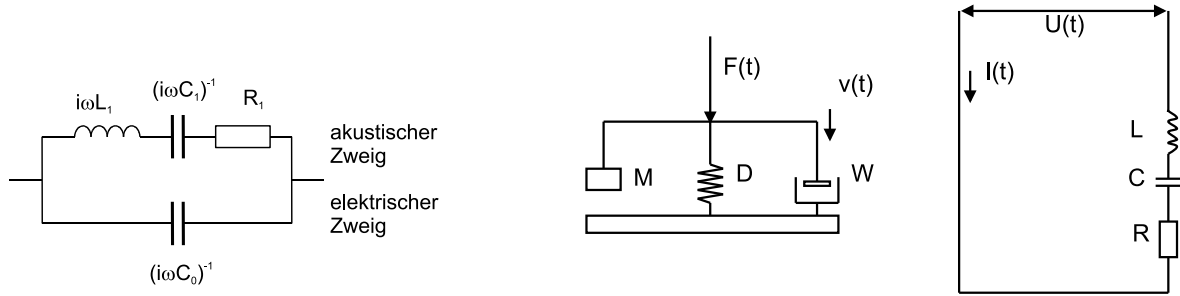


Abbildung 3.6: Elektrisches Ersatzschaltbild für einen frei schwingenden Quarz-Resonator (Butterworth–van Dyke) und elektro-mechanisches Analogon aus [Las99].

Der Ersatzschaltkreis für einen frei schwingenden Quarz besteht aus einem elektrischen und einem akustischen Zweig. Die Kapazität C_0 im elektrischen Zweig repräsentiert die elektrische Kapazität des Quarzes zwischen den Goldelektroden. Der akustische Zweig beinhaltet drei Elemente. Die akustische Induktivität L_1 entspricht der halben Masse des aktiven Quarzes $M_q/2$ [Mas48]. Die akustische Kapazität entspricht $2d_q/[\pi^2 S G_q(1 - \kappa^2)]$, wobei d_q die Dicke des Resonators ist, S die aktive Fläche, G_q der Schermodul und κ die piezoelektrische Kopplungskonstante [Mas48]. Der akustische Widerstand R_1 repräsentiert die Dämpfung des Resonators. Daraus lassen sich die Resonanzparameter f_0 und Γ_0 und der Qualitätsfaktor Q des Quarzes mittels der Relationen $2\pi f_0 = 1/\sqrt{L_1 C_1}$, $\Gamma_0 = 1/4\pi \cdot R_1/L_1$ und $Q = f_0/(2\Gamma_0) = 2\pi 1/R_1 \cdot \sqrt{L_1/C_1}$ ausdrücken. Akustische Impedanzen lassen sich in elektrische Impedanzen durch Multiplikation mit dem Faktor $\Phi = S e'_{26}/d_q$ umrechnen. Dabei muß beachtet werden, daß einer Parallelschaltung mechanischer Impedanzen eine Serienschaltung elektrischer Impedanzen entspricht und umgekehrt. Die akustische Impedanz des frei schwingenden Quarzes läßt sich mittels $Z_q = 2\pi\sqrt{L_1/C_1}$ berechnen und ist für einen unbeschichteten Schwingquarz an Luft umgerechnet in die elektrische Einheiten im Bereich von 50-200 Ω . Im elektro-mechanischen

Analogon entspricht die mechanische Kraft einer elektrischen Spannung und die Geschwindigkeit einem Strom. Der Butterworth–van Dyke Schaltkreis ist Ausgangspunkt für viele elektrischen Ersatzmodelle für Quarzresonatoren in flüssigen Medien oder mit homogenen Beschichtungen. Eine lateral homogene Schicht kann durch eine zusätzliche (in Serie geschaltete) Lastimpedanz im akustischen Zweig berücksichtigt werden.

3.8 Adsorption an Schwingquarzen

Wird ein Quarzresonator an seiner Oberfläche mit Masse beladen, zum Beispiel durch Aufbringen eines dünnen viskoelastischen Filmes, so verschiebt sich seine Resonanzfrequenz zu *kleineren* Frequenzen (Abb. 3.7).

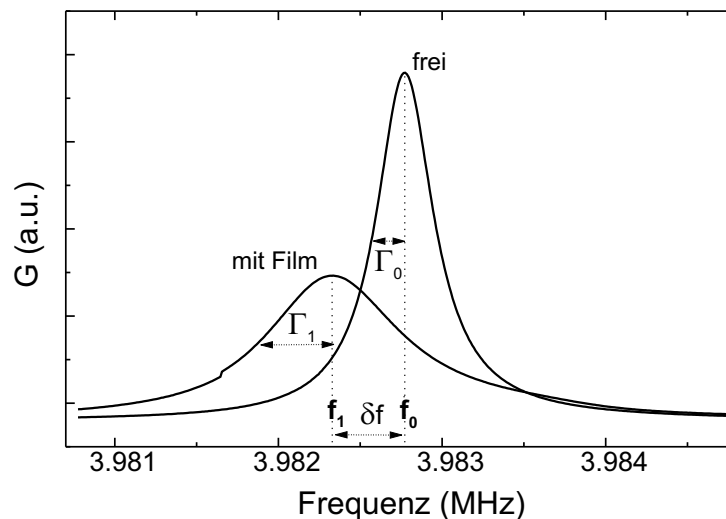


Abbildung 3.7: Resonanzkurven eines frei schwingenden und eines beschichteten Quarzes: Die Beschichtung verschiebt die Resonanzfrequenz zu kleineren Frequenzen und verbreitert die Resonanz.

Nach Gleichung 3.1 ist die Resonanzfrequenz umgekehrt proportional zur Dicke des Resonators h_q ($f \propto 1/h_q$). Vergrößert man durch Aufbringen einer Schicht die Dicke, so sinkt dessen Resonanzfrequenz. Beim Einsatz von Quarzen als Schichtdickenmonitoren wird genau diese Eigenschaft ausgenutzt. Abhängig von den viskoelastischen Eigenschaften des aufgetragenen Materials wird auch die Dämpfung erhöht. Die komplexe Frequenzverschiebung $\delta f^* = \delta f + i\delta\Gamma$ gegenüber dem frei schwingenden Zustand wird durch die verallgemeinerte *Sauerbrey-Gleichung* [Sau57, Sau59] beschrieben

$$\frac{\delta f^*}{f} = \frac{i Z^*}{\pi Z_q} \quad (3.7)$$

Z_q ist die akustische Impedanz des Quarzes (Tabelle 3.1).

Eine "verallgemeinerte Impedanz" ist der Quotient von mechanischer Spannung σ und Geschwindigkeit $v = du/dt$

$$Z^* = \frac{\sigma}{du/dt} \quad (3.8)$$

Die verallgemeinerte Impedanz einer adsorbierten Schicht Z^* kann mittels der akustischen Impedanz des adsorbierten Materials $Z_{ak} = \rho \cdot v = \sqrt{\rho \cdot G}$ mit dem Schermodul G , der Dichte ρ berechnet werden. Die verallgemeinerte Impedanz Z^* ist aber *keine* Materialkonstante, da neben den genannten Materialparametern auch noch die konkrete Geometrie (Dicke der Schicht, eventuell unendlich ausgedehntes Medium) mit eingeht. Bei Mehrschicht-Systemen muß analog zur Optik die Reflektion der akustischen Wellen an Grenzflächen berücksichtigt werden. Für eine Zusammenfassung der Thematik der Schwingquarze mit adsorbierten Schichten in viskoelastischen Medien und der Berechnung der verallgemeinerten Impedanzen sei auf den Review-Artikel [Joh99] verwiesen.

3.9 Das elastische Punkt-Kontakt Modell

Während die Adsorption von Masse (Abschnitt 3.8) die Resonanzfrequenz eines Quarzresonators stets verringert, so *steigt* seine Resonanzfrequenz im elastischen Kontakt mit einer harten Kugel an. In diesem Abschnitt wird zuerst eine typische Meßkurve für ein Kontaktmechanik-Experiment gezeigt und dann das in der Literatur [LJ99, Las99, BKAW01] von A. Laschitsch und D. Johannsmann entwickelte Modell zur theoretischen Beschreibung zusammengefaßt.

3.9.1 Dissipationskanäle

Nähert man eine mit Gold bedampfte Siliziumnitrid-Kugel an einen Schwingquarz mit Goldelektroden an, so erhält man typischerweise das in Abb. 3.8 gezeigte und mit [LJ99, Las99] konforme Verhalten für Resonanzfrequenz und Dämpfung des Quarzes. Tritt die Kugel in Kontakt mit dem Quarz, so steigen sowohl Resonanzfrequenz als auch Dämpfung an. Ein zusätzlicher Peak bei der Dämpfung zeigt einen zusätzlichen Dissipationskanal an, der mit Reibung in Verbindung gebracht wird. Ein einfaches Modell zur theoretischen

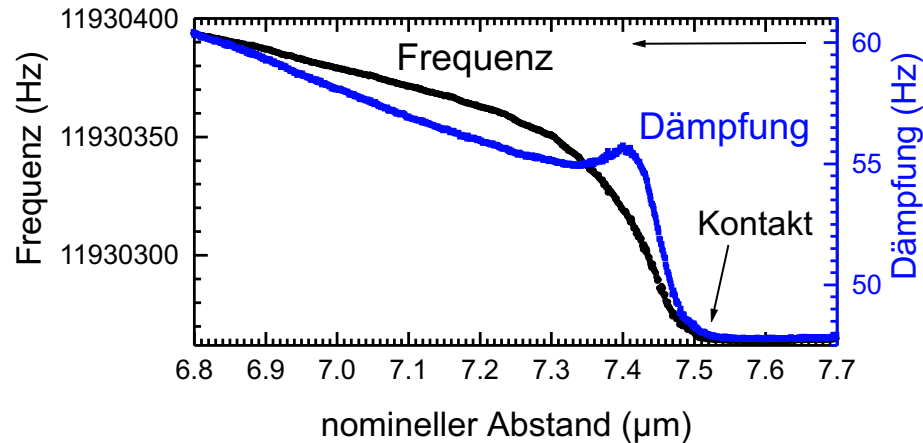


Abbildung 3.8: Typische Meßkurve für die Annäherung einer mit Gold bedampften Kugel an die Oberfläche eines Quarzresonators mit Gold-Elektroden. Im Kontakt steigen Resonanzfrequenz und Dämpfung an. Bei der Dämpfung zeigt ein Peak einen zusätzlichen Dissipationskanal an.

Beschreibung der typischen Meßkurven wurde von A. Laschitsch und D. Johannsmann [LJ99, Las99] entwickelt. Das zugrunde liegende Konzept ist in Abb. 3.9 abgebildet.

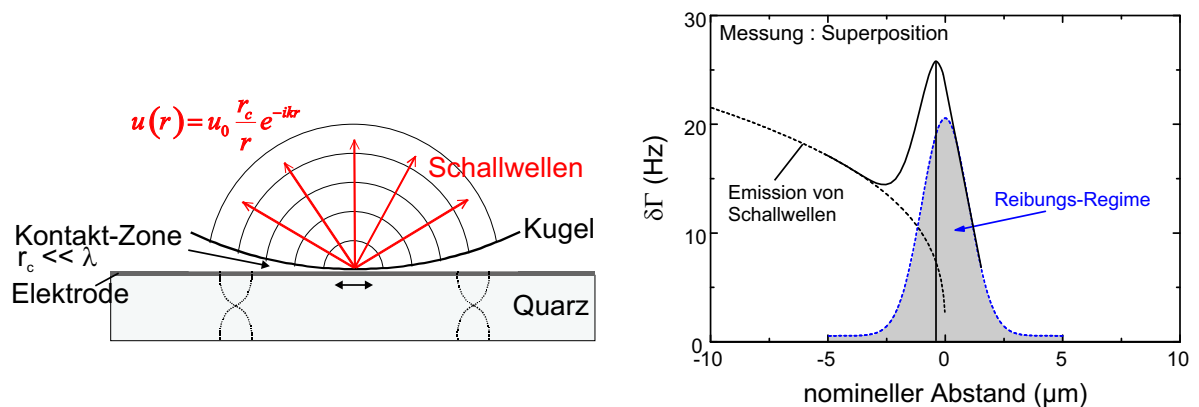


Abbildung 3.9: Emission von Schallwellen und Dissipationskanäle [Las99] (schematische Darstellung)

Tritt eine Kugel mit dem Schwingquarz in Kontakt, so wird dieser Kontakt zuerst einmal als "Punktkontakt" beschrieben. Ein Punktkontakt definiert sich in diesem Zusammenhang dadurch, daß der Kontaktradius r_c (Abschnitt 2.2) sehr viel kleiner als die akustische Wellenlänge λ ist. An diesem Punktkontakt kommt es zur Emission von kugelförmigen Schallwellen vom Quarzresonator in die Kugel hinein (Abb. 3.9). Die Amplitude der

Schallwellen $u(r)$ wird für Abstände $r > r_c$ durch

$$u(r) \approx u_0 \frac{r_c}{r} e^{-ikr} \quad (3.9)$$

beschrieben (für $r < r_c$ ist $u(r) = u_0$). Diese Beschreibung ist gültig, solange der Kontaktradius r_c kleiner als die Wellenlänge der Schallwellen λ mit $k = 2\pi/\lambda$ des Quarzresonators ist.

Die verallgemeinerte mechanische Impedanz durch den Kontakt wird allgemein mit Formel 3.8 beschrieben. Die Normalisierung auf die aktive Fläche des Quarzes macht einen Korrekturfaktor r_c^2/r_e^2 notwendig:

$$Z_L^* = \frac{r_c^2}{r_e^2} \frac{\sigma}{\partial u / \partial t} \quad (3.10)$$

r_e ist der Radius der aktiven Fläche des Quarzes (aufgrund des Energy-Trappings entspricht diese ungefähr der Fläche der Rückelektrode).

Das Modell nimmt vereinfachend an, daß die mechanische Scherspannung σ im Kontaktbereich ($r \approx r_c$) durch

$$\sigma \approx K \nabla u \approx K u_0 r_c \left(-\frac{1}{r^2} e^{-ikr} - \frac{ik}{r} e^{-ikr} \right) \approx K u_0 \frac{1}{r_c} (-1 - ikr_c) e^{-ikr_c} \quad (3.11)$$

beschrieben werden kann. K ist der mechanische Modul der Kugel. Durch Einsetzen von Gleichung 3.11 in 3.10 erhält man für die mechanische Impedanz

$$Z_L^* \propto \frac{1}{r_e^2} \frac{K r_c}{-i\omega} (-1 - ikr_c) \quad (3.12)$$

Einsetzen in die verallgemeinerte Sauerbrey-Gleichung (Gleichung 3.7) liefert schließlich für die Änderung von Frequenz und Dämpfung

$$\delta f^* = \delta f + i\delta\Gamma = f_0 \frac{i}{\pi} \frac{Z_L^*}{Z_q} = \frac{f_0}{\pi Z_q} \frac{K}{\omega} \frac{1}{r_e^2} r_c (1 + ikr_c) \quad (3.13)$$

Die Änderung der Resonanzfrequenz verhält sich wie $\delta f \propto r_c$ und die Änderung der Dämpfung wie $\delta\Gamma \propto r_c^2$. In [BKAW01] wurde das elastische Punktkontaktmodell mittels eines Nano-Indenters verifiziert und vom Einzelkontakt auf Mehrfachkontakte erweitert.

3.9.2 Scherrate, laterale Kraft und dissipierte Leistung

In [Las99] wurden einige mechanische Parameter für Kontaktmechanik-Experimente berechnet.

Dehnung und Scherrate

Die mechanische Dehnung eines Films auf der Quarz-Oberseite ist definiert als $\epsilon = \delta u/h$ mit der Differenz des lateralen Versatzes an Filmober- beziehungsweise Filmunterseite δu und der Dicke h des Films. Diese Kontinuumsbeschreibung verliert allerdings ihren Sinn beim Vorliegen von echter Gleitreibung, wo h in der Größenordnung der Moleküldurchmesser liegt. Als Scherrate ergibt sich $\dot{\gamma} = \delta \dot{u}/h = i\omega \delta u/h = i\omega \epsilon$ mit der Geschwindigkeit $v = \dot{u}$. Typische Werte für die Scher-Rate sind $\dot{\gamma} \approx 10^9 \text{ s}^{-1}$. Typische Scher-Raten im Surface Forces Apparatus reichen von $10^{-2} - 10^4 \text{ s}^{-1}$.

Scherspannung und laterale Kraft

Mit der Definition der Lastimpedanz Z_L in Gleichung 3.10 und der verallgemeinerten Sauerbrey-Gleichung 3.7 erhält man für die Amplitude der mechanischen Spannung

$$|\sigma| = |\dot{u}| \pi Z_q \frac{r_e^2}{r_c^2} \cdot \frac{|\delta f^*|}{f_0} = |\dot{u}| \pi Z_q \frac{r_e^2}{r_c^2} \frac{\sqrt{\delta f^2 + \delta \Gamma^2}}{f_0} \quad (3.14)$$

Für typische Werte von $u_0 = 10 \text{ nm}$, $f_0 = 10 \text{ MHz}$, $r_c = 1 \mu\text{m}$ (Kontaktradius), $r_e = 2.5 \text{ mm}$ (Elektrodenradius) ergibt sich $|\sigma| = 1.7 \cdot 10^{14} \cdot |\delta f|/f_0 \text{ Pa}$. Für typische Werte von $|\delta f|/f_0 \approx 10^{-6}$ ergibt sich eine Scherspannung von $|\sigma| \approx 200 \text{ MPa}$. Derartige Spannungen führen häufig zu Materialversagen. Nichtlineares Verhalten ist zu erwarten.

Die Kraftkomponente außer Phase mit der Geschwindigkeit $v = \dot{u}_0$ ergibt sich dann zu

$$|F_p| = |\sigma| \cdot r_c^2 = \dot{u}_{0,q} \pi^2 Z_q r_e^2 \frac{|\delta f|}{f_0} \quad (3.15)$$

und ist unabhängig von der Kontaktfläche. Mit den gleichen Zahlenwerten von oben ergeben sich laterale Kräfte von $|F_p| \approx 0.6 \text{ mN}$.

Dissipierte Leistung

Die Kraftkomponente in Phase mit der Geschwindigkeit (die alleine zur Dissipation beiträgt) ergibt sich zu

$$|F_{p,d}| = |\sigma| \cdot r_c^2 = \dot{u}_{0,q} \pi^2 Z_q r_e^2 \frac{\delta \Gamma}{f_0} \quad (3.16)$$

und die dissipierte Leistung zu

$$\begin{aligned} P &= \frac{1}{T} \int_0^T dt F_{p,d} \dot{u}_0 (\cos(\omega t))^2 = \frac{1}{2} \pi^2 Z_q r_e^2 \frac{\delta \Gamma}{f_0} \dot{u}_0 \\ &= \frac{1}{2} \pi^2 Z_q r_e^2 \frac{\delta \Gamma}{f_0} 4 f_0^2 d_{26}^2 Q^2 U_{el}^2 = \frac{1}{2} F_{p,d} \dot{u}_0 = \frac{1}{2} Z_q \pi^2 r_e^2 u_0^2 Q^2 \frac{\delta \Gamma}{f_0} \end{aligned} \quad (3.17)$$

Für $\delta\Gamma \ll \Gamma$ ist die dissipierte Leistung proportional zu $\delta\Gamma$. Die dissipierte Leistung enthält Anteile von der Reibung und von den emittierten Schallwellen, was im elektrischen Ersatzschaltbild durch zwei unterschiedliche Elemente (Abb. 3.9 und 3.10) ausgedrückt wird. Beide Anteile können nur mittels einiger Modell-Annahmen voneinander getrennt werden: Nach der Subtraktion des elastischen Teils (Emission von Schallwellen), welcher dem JKR-Modell folgt, bleibt ein Gauss-ähnlicher Peak der Höhe Γ_r in der Kontaktzone übrig, der den Reibungsanteil darstellt. Die durch Reibung dissipierte Leistung ist dann

$$P_r = \frac{1}{2} Z_q \pi^2 r_e^2 \dot{u}^2 \frac{\delta\Gamma_r}{f_0} \quad (3.18)$$

3.9.3 Elektrischer Ersatzschaltkreis

Für den Quarzresonator im elastischen Punktkontakt kann ein elektrischer Ersatzschaltkreis entwickelt werden, der auf einem Butterworth–van Dyke Schaltkreis (Abb. 3.10) basiert. Die zusätzlichen Elemente im akustischen Zweig repräsentieren den elastischen Kontakt, die Emission von Schallwellen und die Dissipation durch Reibung.

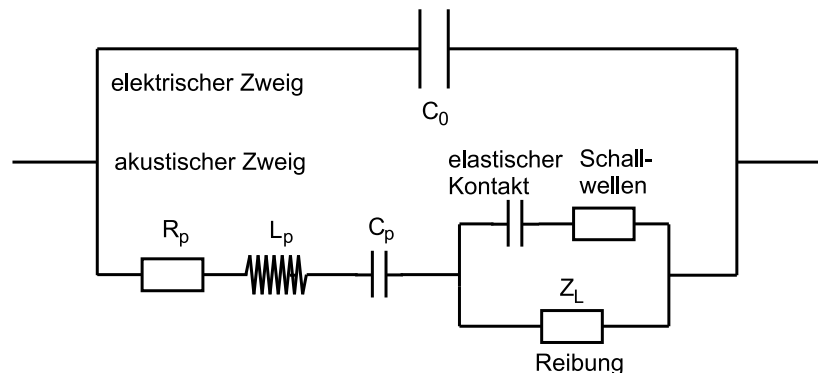


Abbildung 3.10: Elektrisches Ersatzschaltbild für den elastischen Punktkontakt und Reibung (aus [Las99])

4. Kontaktmechanik mit dem Surface Forces Apparatus

4.1 Aufbau

Der Surface Forces Apparatus (SFA) wurde von Tabor, Winterton, Israelachvili und Klein entwickelt, um Kräfte zwischen Oberflächen in Luft oder Flüssigkeiten zu messen [Isr87]. Mit diesem Instrument ist es möglich, attraktive und repulsive Kräfte über 6 Größenordnungen zu messen. In Abb. 4.1 wird eine Skizze eines SFA (Modell Mark II) mit Flüssigzelle gezeigt.

Sein Herzstück sind zwei gekreuzte Zylinderlinsen aus Glas, die lateral und horizontal gegeneinander bewegt werden können (Abb. 4.1 rechts). Treten sie in Kontakt, so ist ihre Kontaktfläche kreisförmig. Für viele Zwecke ist die Geometrie einem Kugel–Ebene Kontakt äquivalent. Um Experimente mit atomar glatten Oberflächen durchführen zu können, werden 1-3 μm dicke Glimmer-Scheiben mit einem Klebstoff (meist wird eine Zuckermischung oder ein Epoxidklebstoff verwendet) auf die Zylinderlinsen aufgeklebt. Dabei ist die Rückseite des Glimmers semitransparent mit Silber bedampft, so daß ein optischer Resonator zwischen den beiden Oberflächen entsteht (Abb. 4.1). Somit kann ihr Abstand interferometrisch bestimmt werden. Für die Interferometrie wird das Licht einer Halogenlampe verwendet, das zuerst durch die gekreuzten Zylinderlinsen hindurchtritt und dann in einem Spektrometer in Interferenzstreifen ("fringes of equal chromatic order", FECOs) zerlegt wird. Weiterentwicklungen von Horn, Israelachvili und Klein machten auch Scher-Experimente möglich. Später folgten weitere Modifikationen, zum Beispiel zur expliziten Messung von Reibungskräften bei Gleitreibung und oszillatorischen Bewegungen. Dabei war die laterale Geschwindigkeit jedoch auf $v < 1 \text{ mm/s}$ limitiert.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Schwingquarz in einen Surface Forces Apparatus

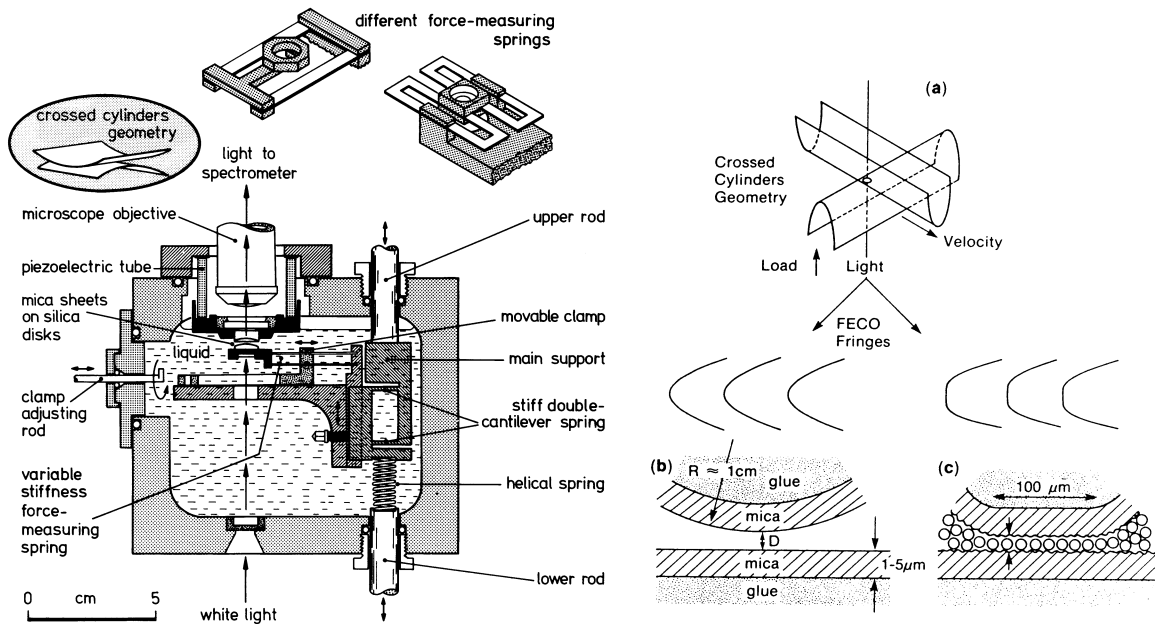


Abbildung 4.1: (links) Schematische Skizze des Surface Forces Apparatus Mark II aus [IA78, Isr89]. (rechts) (a) Gekreuzte Zylinder-Geometrie mit Glimmer(engl.: mica)-Flächen und Kontaktfläche im Interferometer. Es bilden sich Interferenzringe gleicher chromatischer Ordnung (FECO), wenn (b) die beiden Glimmer-Flächen einen endlichen Abstand entfernt sind und (c) durch eine Monolage zwischen ihnen abgeflacht sind (aus [HIMG90]).

(Mark-II) integriert, um einerseits die Präzision und die optische Auflösung des SFA und die hohen Geschwindigkeiten des Quarzresonators für Kontaktmechanik- und Reibungsexperimente auszunutzen. Da mit dem SFA die Kontaktfläche optisch gemessen werden kann, war es zudem möglich, das elastische Punktkontaktmodell von Laschitsch und Johannsmann (Abschnitt 3.9) explizit zu überprüfen.

4.2 Integration eines Quarz-Resonators in den SFA

Zur Integration eines Schwingquarzes in den Surface Forces Apparatus wurde die in Abb. 4.2 dargestellte Halterung für den Schwingquarz aus Delrin (zur elektrischen Isolation) und Messing (elektrische Kontaktierung) konstruiert.

Um die Präzision des SFA voll ausnutzen zu können, war es notwendig, auf den Quarzkristall eine atomar glatte Oberfläche in Form einer aufgeklebten Glimmer-Schicht aufzubringen. Glimmer ist ein Schichtsilikat [KS00] (Kristallstruktur in Abb. 4.3 links). Zwischen

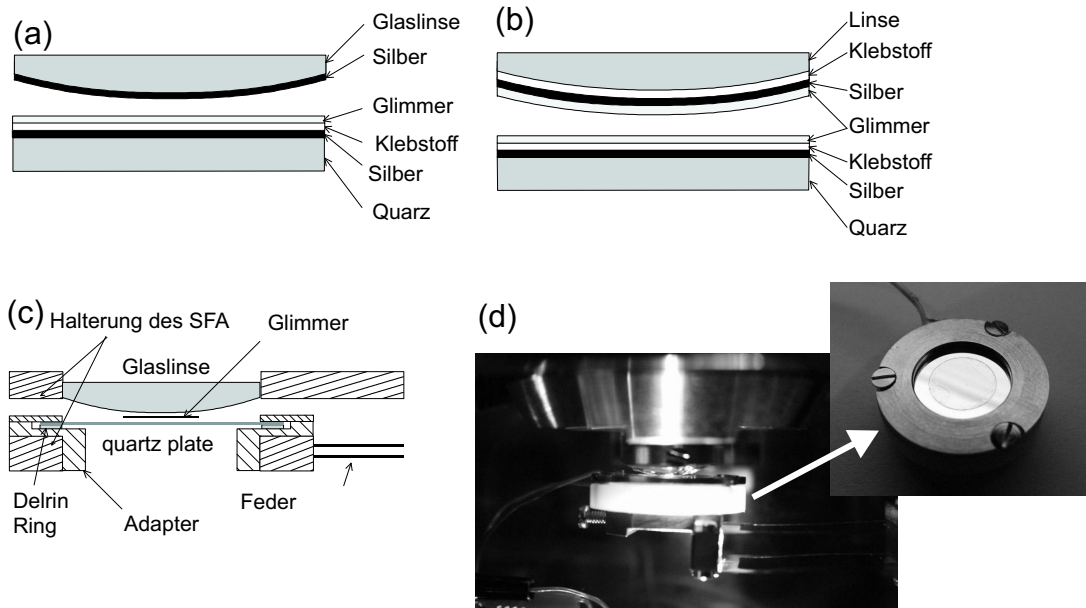


Abbildung 4.2: Geometrie und Quarzhalterung im Surface Forces Apparatus. (a) Glimmer nur auf dem Quarz, annähernde Linse nur mit Silber. (b) Glimmer auch auf der Linse. (c) Skizze der Halterung und (d) Photographie.

den Atomen in einer Ebene existieren starke kovalente Bindungen, während zwischen den einzelnen Ebenen relativ schwache elektrostatische Bindungskräfte wirken. Daher kann der Kristall leicht entlang diesen Ebenen gespalten werden ("cleaven"). So können atomar glatte, bis zu mehrere Quadratzentimeter große Oberflächen hergestellt werden, die direkt nach dem Spaltvorgang frei von jeglichen Verunreinigungen sind. In [XWY+00] wurde gezeigt, daß es möglich ist, ein dünnes Glimmerplättchen auf einen Quarzresonator mit einem Silikatklebstoff und anschließendem Sintern so aufzukleben, daß der Resonator immer noch angeregt werden konnte. In [XWY+00] wurde nicht auf Details der Klebung eingegangen. Da die Präparation einer Glimmer-Oberfläche auf Quarzresonatoren von allgemeinem Interesse ist (beispielsweise für biologische Experimente auf atomar glatten Oberflächen), soll hier detailliert auf die Probenpräparation eingegangen werden.

Auf einen sauberen, blanken Schwingquarz (optisch poliert) wurden auf der Vorderseite eine semitransparente Silber-Elektrode (52 nm Dicke) und auf der Rückseite eine "Schlüsselloch"-Elektrode (Abschnitt 3.5) mit zentralem Loch für den optischen Durchgang thermisch aufgedampft. Dann wurde aus einem etwa 20 μm dicken Glimmer-Stück (S&J Trading, Glen Oaks, NY, USA) mit einer Stanze ein kreisförmiges Stück mit 5 mm Durchmesser ausgestanzt. Auf die obere (semitransparente) Silber-Elektrode wurde ein

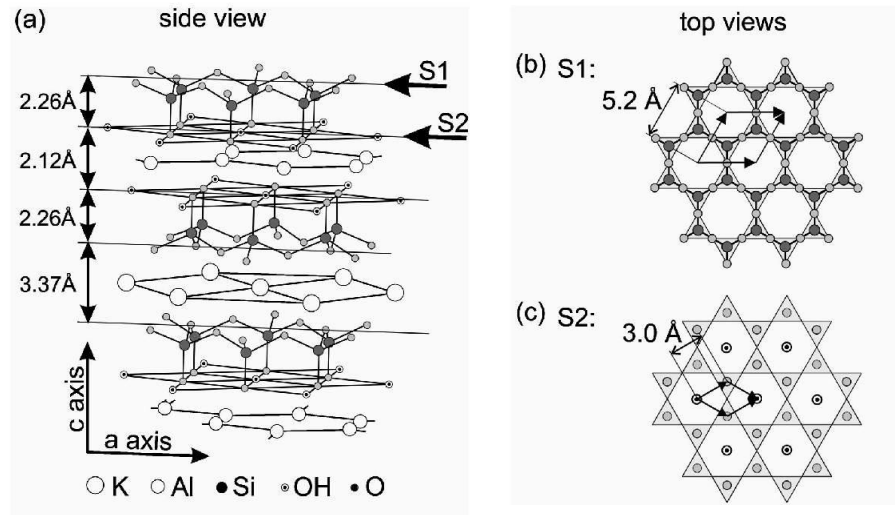


Abbildung 4.3: (a-c) Kristallstruktur von Glimmer, aus [KS00].

kleiner Tropfen (etwa 10 nl) eines UV-härtbaren Klebstoffes (Norland Adhesive 83H) aufgebracht. Wird das ausgestanzte Glimmer-Scheibchen auf diesen Tropfen gelegt, so zieht die Oberflächenspannung den Klebstoff in den ganzen Spalt. Leichter Druck verringert die Dicke des Klebespaltes weiter. Belichtung mit einer 100 W Xenon-Bogen-Lampe für ungefähr 2 Minuten härtet den Klebstoff durch Vernetzung aus (der vernetzte Klebstoff ist in Chloroform bedingt löslich). Durch das Aufkleben der Glimmer-Schicht erhöht sich die Dämpfungskonstante des Resonators auf $\Gamma=1-2$ kHz. Nach wiederholtem Entfernen mehrerer Glimmer-Schichten mit Klebeband erhält man schließlich Werte von $\Gamma = 200-800$ Hz am Grundton des Quarzes (Abb. 4.4 rechts). Die Obertöne zeigen eine gestörte Modenstruktur, wesentlich stärkere Dämpfung und geringere Amplitude. Obertöne sind von kleineren geometrischen Imperfektionen stets stärker betroffen als der Grundton, weil die Schallwellenlänge mit steigender Obertonordnung sinkt. Wird die Skala der geometrischen Störung vergleichbar mit der Schallwellenlänge, so ist die Modenstruktur gestört. Der so präparierte Quarz wurde in einem Adapter (Abb. 4.2d, elektrische Kontaktierung durch Messing-Ringe) in den unteren Linsenhalter des SFA (elektrische Isolation vom SFA durch ein Delrin-Drehteil) montiert, der von doppelten Federn (Federkonstante 520 N/m) gehalten wird. Die Glaslinse wurde in den oberen (feststehenden) Linsenhalter des SFA montiert. Die Glaslinse wurde wahlweise mit einer dünnen Schicht (52 nm) Silber (thermisch) bedampft oder mit einem etwa $2 \mu\text{m}$ dicken Stückchen Glimmer mit versil-

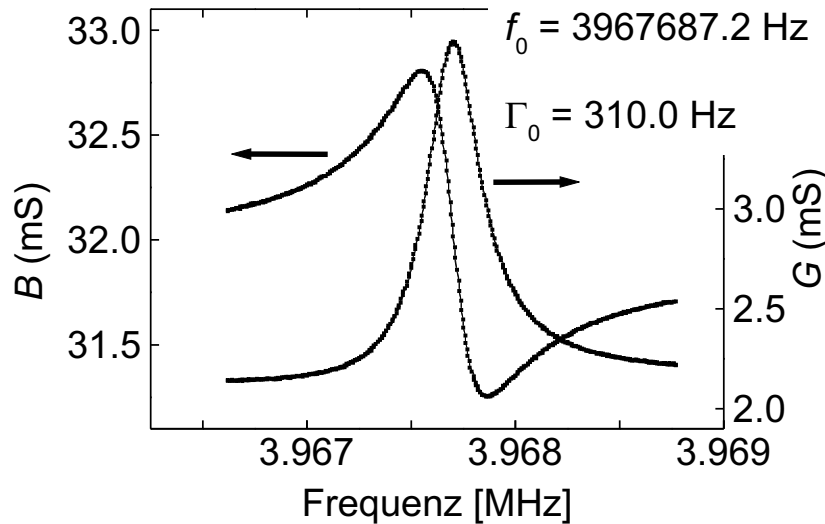


Abbildung 4.4: Resonanzkurve eines Quarzes mit aufgeklebtem Glimmer-Plättchen.

berter Rückseite beklebt. Das Glimmer-Stückchen wurde dabei mit Zucker (Mischung aus gleichen Teilen von Galaktose und Dextrose) sphärisch mit Krümmungsradien von 1–3 cm auf die Linse aufgeklebt. Dazu wurde die Glaslinse auf ungefähr 200° erhitzt. Die aufgestreute Zuckermischung schmilzt und bildet einen kleinen Tropfen. Auf diesen wird das Glimmer-Stückchen aufgelegt und an den Rändern mit einer Pinzette in die optimale Position gebracht, um eine sphärische Klebung mit Krümmungsradien im Bereich von 1 cm zu erreichen. Eine solche biaxiale Krümmung ist nur in einem kleinen Bereich möglich. Außerhalb des zentralen Flecks schlägt das Glimmer-Stückchen Falten. Mit der sphärischen Klebung des Glimmers und der Präparation einer dünnen Glimmer-Scheibe auf dem Quarz kann ein Ebene-Kugel-Kontakt atomar glatter Oberflächen mit Kontaktradien von 10–30 μm realisiert werden. Solch ein Kontakt ist äquivalent zu den sonst im SFA üblichen Kontakten mit den gekreuzten Zylindern.

4.3 Silber–Glimmer und Glimmer–Glimmer Kontakt

Wird eine Silberoberfläche (auf eine Glaslinse thermisch aufgedampftes Silber) mit einem mit Glimmer beklebten Schwingquarz in Kontakt gebracht, so erhöht sich dessen Resonanzfrequenz (Abb. 4.5). In Abbildung 4.5 werden ein Silber–Glimmer Kontakt und ein Glimmer–Glimmer Kontakt gegenübergestellt. Beim Silber–Glimmer Kontakt sind die beiden Oberflächen mit einer Rate von 0.1–0.5 nm/s in Kontakt gedriftet. Die

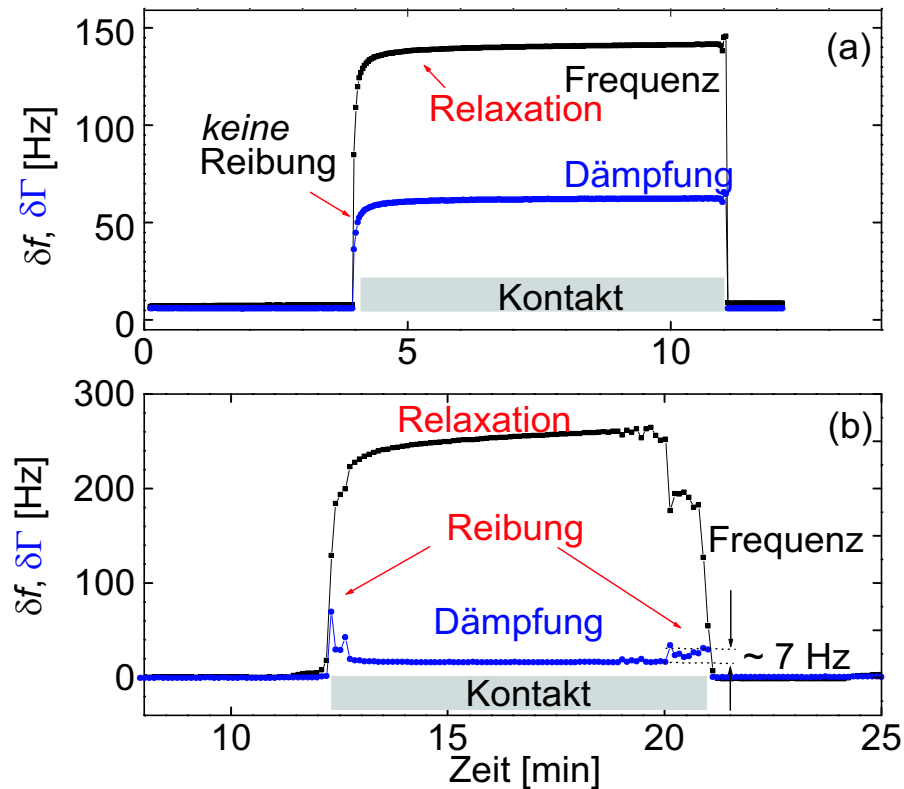


Abbildung 4.5: δf und $\delta \Gamma$ für den mit Glimmer beschichteten Schwingquarz im sphärischen Kontakt mit einer (a) Silber- und einer weiteren (b) sphärischen Glimmer-Oberfläche.

maximale Normalkraft war stets kleiner als 0.5 mN. Im Falle des Glimmer–Glimmer Kontaktes sind die beiden Oberflächen bei einer Distanz von etwa 7 nm (abhängig vom Krümmungsradius) spontan in Kontakt gesprungen. Die Dämpfung erhöht sich im Kontakt ebenfalls. Wird der Kontakt hergestellt oder wieder getrennt, so zeigt im Falle des Silber–Glimmer Kontaktes die Dämpfung einen zusätzlichen Peak, der auf Reibung zwischen der glatten Glimmer-Oberfläche und der relativ rauhen Silber-Oberfläche (4 nm rms-Rauhigkeit und bis zu 17 nm Peak-zu-Tal Höhenunterschiede) zurückgeführt werden kann [BRJ02]. Dieser zusätzliche Anstieg tritt bei dem Glimmer–Glimmer Kontakt nicht auf, da diese beiden Oberflächen bei Annäherung spontan in Kontakt springen. Der Peak stellt einen zusätzlichen Dissipationskanal dar, dessen Ursache in Reibungsprozessen zu suchen ist. Aufgrund der hohen Dämpfung ist die Scher-Amplitude an der Kontaktfläche zwischen Glimmer und Silber nur etwa 1 nm. Außerdem ist die mit Gleichung 3.14 abgeschätzte Scherspannung von etwa 1 MPa kleiner als die kritische Schubspannung, die zu einem Gleiten der beiden Oberflächen überwunden werden müsste. Daher wird Gleitreibung sehr unwahrscheinlich, besonders bei der Trennung der beiden Ober-

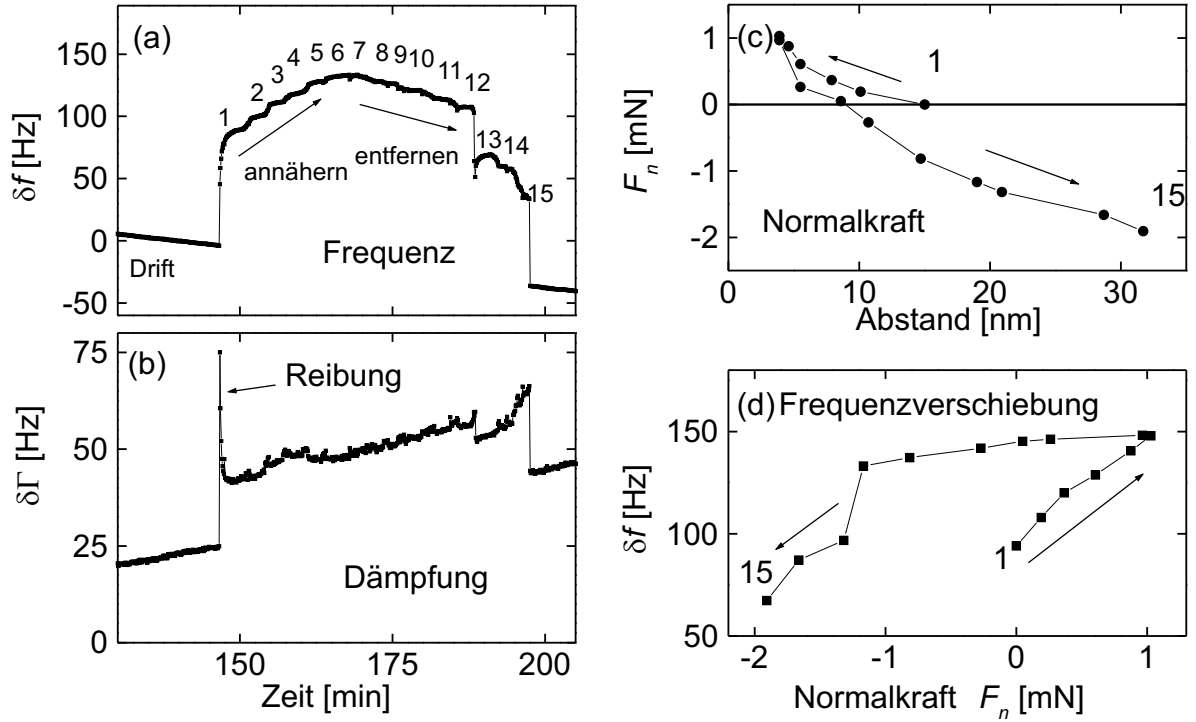


Abbildung 4.6: Silber–Glimmer Kontakt. (a) Frequenz und (b) Dämpfung bei schrittweisem Annähern und Entfernen. (c) Normalkraft als Funktion des Abstandes und (d) Frequenzverschiebung als Funktion der Normalkraft. Beide zeigen deutliche Hysterese.

flächen – bei Annäherung kann Gleitreibung nicht ganz ausgeschlossen werden. Auch die Adhäsionshysterese (Abb. 4.6) kann nach einer einfachen Abschätzung nicht alleine für die dissipierte Leistung von $P_{tot} = U_{el}^2 G_{max} = (100 \text{ mV})^2 \cdot 0.8 \text{ mS} = 8 \mu\text{W}$ verantwortlich sein (vgl. [BRJ02]). Von P_{tot} geht der Bruchteil von $\delta \Gamma_{fric}/\Gamma_{tot} = (7 \text{ Hz})/(345 \text{ Hz}) = 0.02$ (Abb. 4.6) auf Kosten von Reibung. Es werden also $P_{fric} \approx 0.16 \mu\text{W}$ durch Reibung dissipiert. Die durch Adhäsionshysterese dissipierte Leistung kann nach [TD95] abgeschätzt werden, indem man die dissipierte Energie pro Zyklus und Einheitsfläche G_{AH} mit der Zahl der Zyklen pro Zeiteinheit, d.h. der Frequenz f , und der Fläche A_{AH} , die den Adhäsions–Separations-Zyklen unterliegt (Abb. 4.7), multipliziert. Man erhält so $P_{fric} \approx A_{AH} G_{AH} f \approx 1/2(2\pi r_c)\xi_{AH} G_{AH} f$. Mit der Bedingung, daß ξ_{AH} kleiner als die Schwingungsamplitude der Scherschwingung (hier ist $u \approx 1 \text{ nm}$) sein sollte, erhält man als untere Grenze für $G_{AH} > 1 \text{ J/m}^2$, was viel größer als die erwartete Gleichgewichts-Oberflächenenergie (typische Werte zwischen 30-100 mJ/m^2) ist. Die wahrscheinlichste Ursache für die Dissipation ist *plastische Deformation* des Metalls in der Kontaktfläche im Kontext von *Rollreibung* [HBPB99, Joh85, TD95] (Abschnitt 2.3.2). Dieser Mechanismus

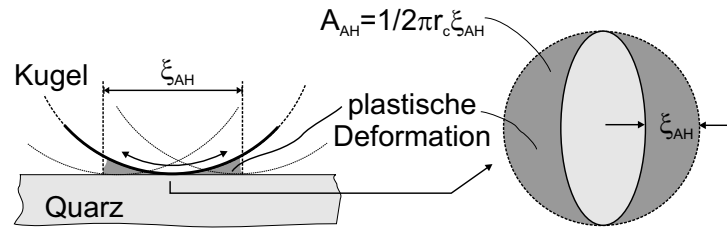


Abbildung 4.7: Rollreibung und Dissipation durch ständige Adhäsions-Separations-Zyklen über einen Streifen der Breite ξ_{AH}

liefert auch eine Erklärung dafür, warum die Reibung direkt vor der Separation ansteigt: Bei permanenten Zyklen von Adhäsion und Separation wird die Kontaktzone solange plastisch deformiert, bis die Kontaktlinie an "Haltepunkten" festgehalten ("gepinnt") wird. Dadurch wird die oszillatorische Bewegung der Kontaktlinie und damit auch die Rollreibung vermindert. Wird die Kontaktlinie bei der Separation zur Bewegung gezwungen, kann sie sich von den Haltepunkten befreien.

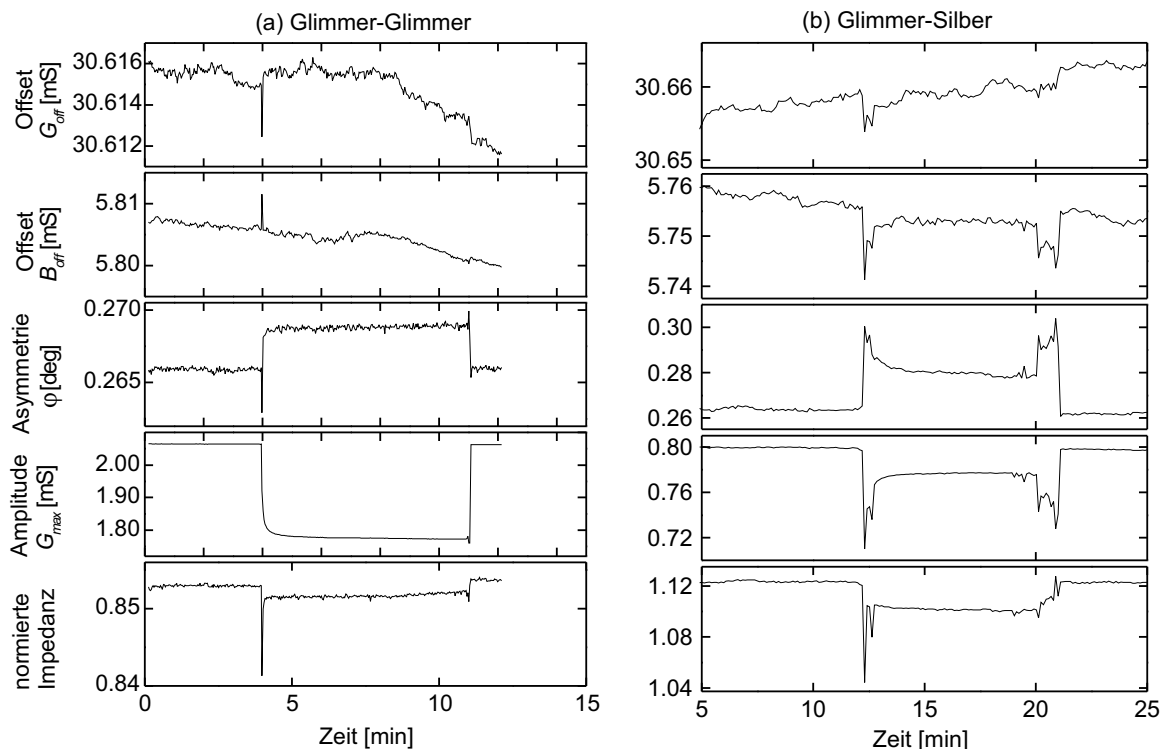


Abbildung 4.8: Amplitude, Asymmetrie und Offset für einen (a) Glimmer–Glimmer und (b) Glimmer–Silber Kontakt.

In Abb. 4.8 werden alle Parameter des Fits der Resonanzkurve aus Gleichung 3.2 darge-

stellt, die sonst nicht gezeigt und ausgewertet werden. Die Interpretation der Amplitude ist oft schwierig, weil sie von der Kalibration des jeweiligen Impedanzanalysators abhängt. Zuverlässiger sind Größen, die sich aus einer Frequenzmessung ableiten, wie zum Beispiel die Asymmetrie φ . Das unterschiedliche Verhalten von dem glatten Glimmer–Glimmer Kontakt und dem relativ rauhen Silber–Glimmer Kontakt mit der plastischen Deformation zeigt sich auch bei der Amplitude und der Asymmetrie und den Offsets. Die Peaks bei den Resonanzparametern in Abb. 4.8 sind bei dem Glimmer–Silber Kontakt wesentlich stärker und treten auch besonders bei der Separation auf, während beim Glimmer–Glimmer Kontakt die Peaks bei der Separation meist klein sind. Deutlich sichtbar ist der Einbruch der Amplitude beim Glimmer–Silber Kontakt, wenn die Flächen gerade in Kontakt getreten sind und es zur Rollreibung und zur plastischen Deformation kommt. Ändert sich die Impedanz eines Quarzresonators, so stimmt die Kalibration nicht mehr genau und es kommt zur Asymmetrie der Resonanzkurve. Eine andere Ursache für das Verhalten der Asymmetrie am Kontakt ist eine Interferenz mit anharmonischen Seitenbanden (Abb. 3.3), was auf eine *Nichtlinearität* in der Quarzschwingung hindeutet.

4.4 Überprüfung des elastischen Punkt-Kontakt-Modells

Die Präzision und die optische Zugänglichkeit der Kontaktfläche im SFA bieten die Möglichkeit, das elastische Punkt-Kontakt-Modell (Kapitel 3.9) für den Kugel–Ebene Kontakt an einem Quarzresonator quantitativ zu überprüfen. Im vorherigen Abschnitt wurde die Glimmer-Schicht auf einen Schwingquarz mit Silber-Elektroden aufgeklebt. Damit befand sich neben den Glimmer-Platten auch die Klebstoffschicht in dem optischen Resonator zwischen den beiden Silber-Spiegeln. Um den Kontakt zwischen zwei Glimmer-Plättchen interferometrisch präzise ohne Beeinflussung von der Deformation des Klebstoffs auswerten zu können, war es notwendig, die Klebstoffschicht aus dem optischen Resonator herauszunehmen. Nach einer Idee von R. Horn wurden etwa $3\ \mu\text{m}$ dicke Glimmer-Schichten auf dickere und stabile Glimmer-Platten gelegt, die dort durch adhäsive Oberflächenkräfte haften. Dieser Schichtstapel wurde mit Silber thermisch bedampft (ca $52\ \text{nm}$ Dicke), um eine semitransparente Schicht zu erhalten. Nun kann die versilberte dünne Glimmer-Schicht mit einer Pinzette von der dickeren Unterlage heruntergezogen werden und wie schon zuvor beschrieben mit einer Mischung aus gleichen Teilen von Galaktose und Dex-

trose sphärisch mit der Silber-Seite auf die Glaslinse aufgeklebt werden. Die Präparation

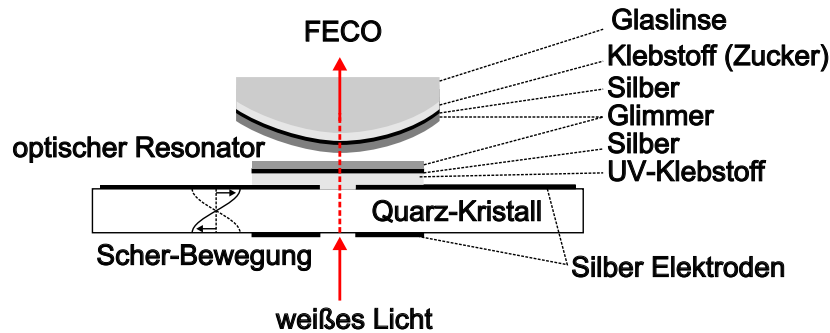


Abbildung 4.9: Versuchsaufbau (schematisch) zur Kontaktmechanik mit Glimmer–Glimmer Kontakten. Zur präzisen interferometrischen Auswertung wurde die Klebstoffschicht aus dem optischen Resonator entfernt.

der Klebung auf dem Quarz unterscheidet sich jedoch vom vorherigen Experiment dadurch, daß die Klebstoff-Schicht aus dem optischen Resonator entfernt wird (Abb. 4.9). Aus dem ganzen Schicht-Stapel von dicker Glimmer-Platte mit aufgelegter und semitransparent bedampfter $3 \mu\text{m}$ dicker Glimmer-Schicht wird ein rundes Stück (5 mm Durchmesser) ausgestanzt. Dieses wird mit der Silber-Seite auf einen Quarz-Resonator (mit zentralen runden Aussparungen in beiden Elektroden) mit dem UV-härtbaren Klebstoff aufgeklebt. Nach Aushärtung des Klebstoffs mit einer Xenon-Bogenlampe kann die dicke Glimmer-Unterlage mit Klebeband entfernt werden. Die so erhaltene dünne Glimmer-Schicht auf dem Quarzresonator kann mit Klebeband noch ge-cleaved werden, um die Dämpfung des Quarzresonators zu verringern[BJR02]. Der Weg mit der dicken Glimmer-Unterlage wurde gewählt, weil eine glatte Klebung mit einer $3 \mu\text{m}$ dicken Glimmer-Schicht alleine nicht möglich war und beim Cleaven eine mit der Silber-Seite auf den Quarz aufgeklebte dicke Glimmer-Schicht diese an der Silber-Glimmer-Grenzfläche auseinanderreißt (Abb. 4.10). Zudem befindet sich die Klebung zwischen Quarz und Silber-Fläche. Somit erhält man einen Aufbau wie in Abb. 4.9 dargestellt, bei dem sich die Klebstoffschichten außerhalb des Interferometers befinden. Nähert man die beiden Oberflächen vorsichtig aneinander an, springen diese bei einer Entfernung von etwa 7 nm spontan in Kontakt. Dieser Punkt markiert den Kontakt ohne äußere vertikale Last. Schrittweise Erhöhung der vertikalen Last mit den Schrittmotoren des SFA führt zu einer schrittweisen Erhöhung von Resonanzfrequenz und Dämpfung (Abb. 4.11). Zur Auswertung wurden die Mittelwerte

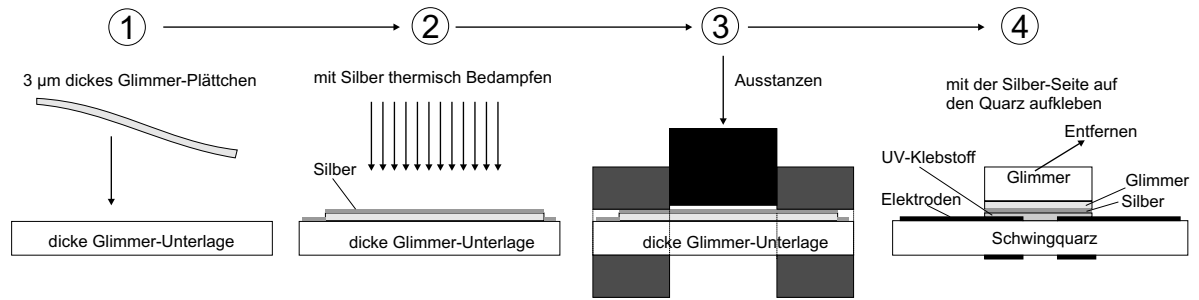


Abbildung 4.10: Herstellung der Klebung eines versilberten $3\ \mu\text{m}$ dicken Glimmer-Plättchens auf einen Schwingquarz, wobei sich die Klebstoffschicht außerhalb des optischen Resonators befindet.

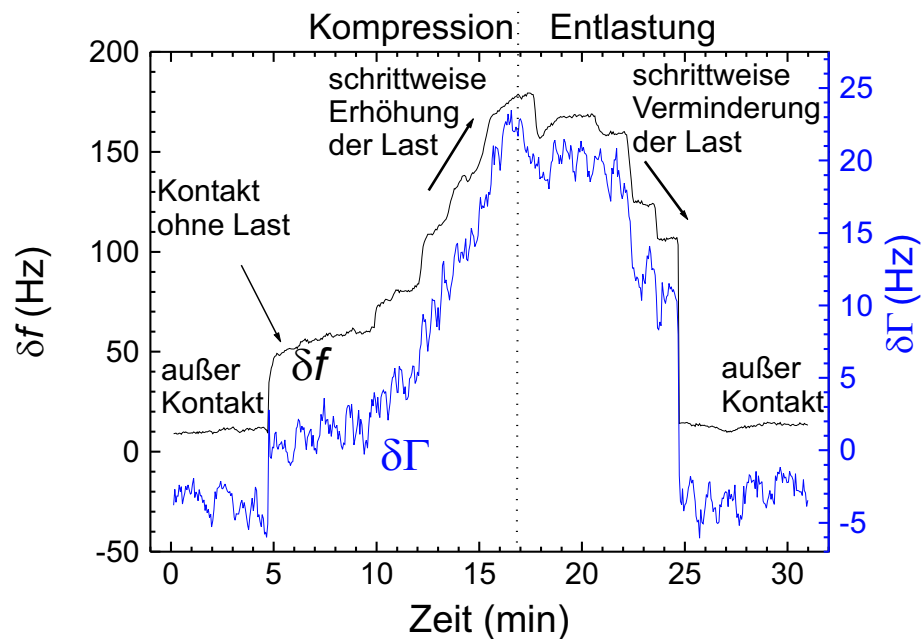


Abbildung 4.11: Änderung von Frequenz und Dämpfung im Glimmer-Glimmer Kontakt bei schrittweiser Erhöhung und Verminderung der vertikalen Last [BJR02]

der Plateaus mit der Standardabweichung als Fehler genommen. Bei jedem Schritt wurde ein Bild der FECO-Interferenzstreifen aufgenommen (Abb. 4.12). Die Interferenzstreifen stellen sich jeweils als gekippte Parabeln mit einer abgeschnittenen Spitze dar. Während die Parabel selbst wegen der geringen Lichtintensität nur sehr schwach sichtbar ist, ist die Linie, die den Kontakt repräsentiert, sehr deutlich zu sehen. Da dies in unserem Fall eine gerade Linie ist, handelt es sich um einen sauberen Kontakt. Kontamination würde Ausbuchtungen in dieser Linie hervorrufen. Jedes Bild zeigt zwei aufeinanderfolgende Interferenzordnungen. Durch die Doppelbrechung des Quarzes erscheint jeder Interfe-

renzring als Doublett. Die Länge der Linie ist direkt proportional zum Kontaktradius r_c . So ist eine optische Bestimmung des Kontaktradius mit hoher Genauigkeit möglich. Deutlich sichtbar ist das Anwachsen des Kontaktradius r_c mit steigender Last. Aus den mit

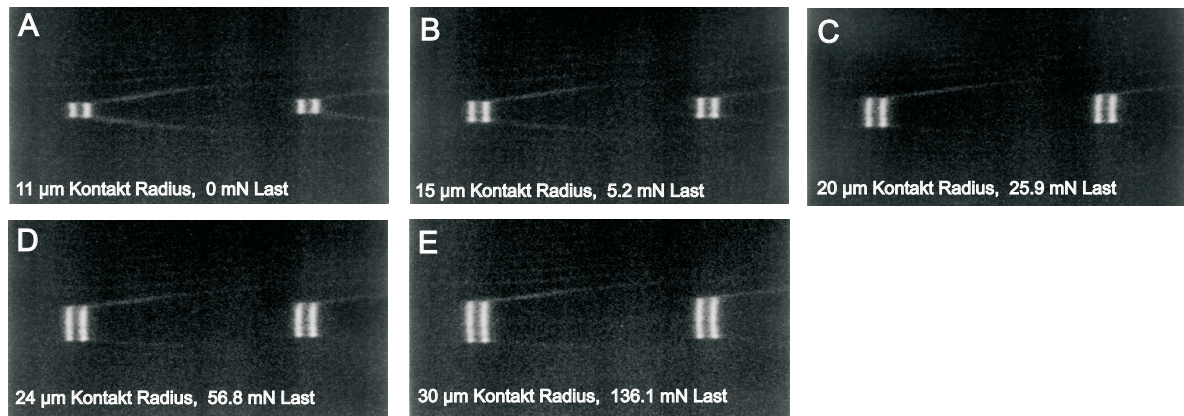


Abbildung 4.12: FECO Interferenzstreifen für einen Glimmer–Glimmer Kontakt bei verschiedener Belastung (Kompression, erste 5 Plateaus aus Abb. 4.11). Die Kontaktfläche steigt mit der Normalkraft an.

einem Potentiometer aufgezeichneten Motorschritten und der bekannten Federkonstante des SFA (520 N/m) läßt sich die vertikale Last bestimmen. Werden der Kontaktradius und die Frequenzverschiebung gegen die vertikale Last aufgetragen (Abb. 4.13 links), so zeigt sich ein Verhalten, das mit der JKR-Gleichung (Gleichung 2.7) beschrieben werden kann. Ein Fit mit dem JKR-Modell ergab für die Oberflächenenergie $\gamma = 60 \pm 10$ mN/m, für den Modul $K = (4.1 \pm 0.2) \cdot 10^{10}$ N/m² und 0.6 cm für den Krümmungsradius der oberen Glimmer-Fläche. Bei Entlastung, kurz bevor die Oberflächen wieder außer Kontakt sprangen, betrug die vertikale Last -12 mN.

Die Änderung von Frequenz und Dämpfung als Funktion des Kontaktradius (Abb. 4.13, rechts) zeigt in guter Übereinstimmung mit dem elastischen Punkt-Kontakt-Modell (Abschnitt 3.9) die durch Gleichung 3.13 beschriebene lineare Abhängigkeit für die Resonanzfrequenz ($\delta f \propto r_c$). Die Übereinstimmung bei der Dämpfung ist nicht ganz so gut. Während das Punktkontakt-Modell eine quadratische Abhängigkeit für die Dämpfung ($\delta\Gamma \propto r_c^2$) voraussagt, liefert ein Fit mit einem Potenzgesetz einen Exponenten von 1.7. Mögliche Ursachen können in zusätzlichen Dissipationskanälen liegen (zum Beispiel in der Klebstoffschicht), die vom Modell nicht berücksichtigt wurden.

Die gestrichelten Linien im rechten Teil von Abb. 4.13 sind die gefitteten Kurven mit

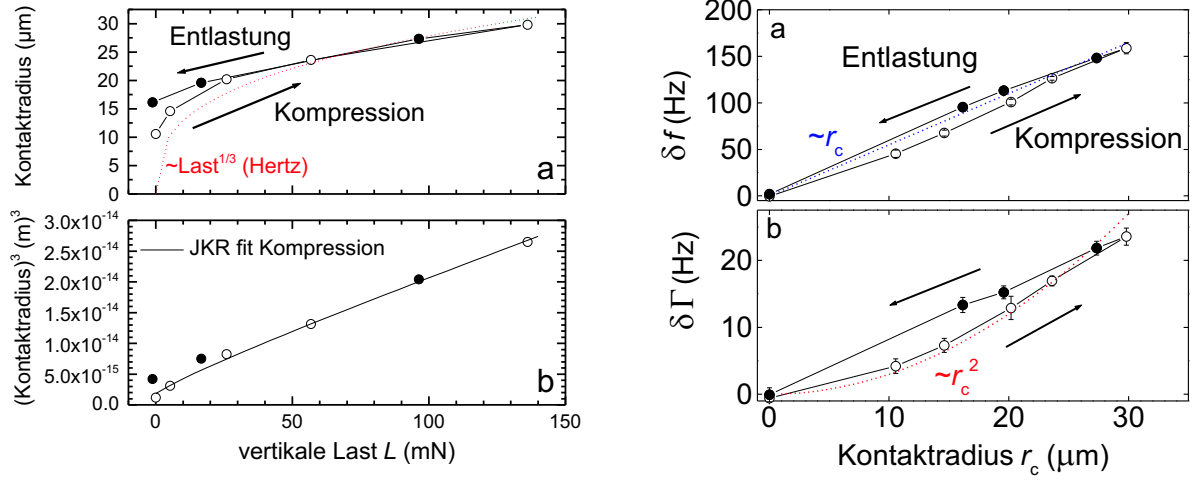


Abbildung 4.13: Kontaktmodus als Funktion der vertikalen Last (links) und Änderung von Frequenz und Dämpfung als Funktion des Kontaktmodus (rechts). Offene Kreise zeigen Kompression, gefüllte Kreise zeigen Entlastung.

$(\delta f/\text{Hz}) = 5.5 \cdot (r_c/\mu\text{m})$ und $(\delta \Gamma/\text{Hz}) = 0.03 \cdot (r_c/\mu\text{m})^2$. Aus der Änderung von Frequenz und Dämpfung lässt sich die akustische Wellenlänge

$$\lambda = 2\pi r_c \frac{\delta f}{\delta \Gamma} \quad (4.1)$$

berechnen. Sie ist mit 1.15 mm wesentlich größer als der Kontaktmodus r_c , was Voraussetzung für die Anwendbarkeit des Punktkontakt-Modells ist. Schallgeschwindigkeit und eine Massendichte im Bereich von 1.6 g/cm^3 für Zucker und etwa 2.8 g/cm^3 für Glimmer liefert einen elastischen Modul (Formel 2.6) im Bereich von $K=3.4\text{--}5.9 \cdot 10^{10} \text{ Nm}^{-2}$. Der mittels JKR-Fit bestimmte Wert von $K = (4.1 \pm 0.2) \cdot 10^{10} \text{ N/m}^2$ liegt gut im Bereich des Erwarteten und bestätigt die Konsistenz des verwendeten Modells.

Die Unterschiede zwischen experimentellen Daten und dem elastischen Punktkontakt-Modell können mehrere Ursachen haben. Das Modell nimmt eine sehr vereinfachte Form des Schallfeldes an und ignoriert den Unterschied zwischen transversalen und longitudinalen Schallwellen. Zudem verkompliziert sich die Situation durch die Schichtstruktur. Weiterhin ist Glimmer sehr stark anisotrop [LM93]. Daneben kommt es wohl zu zusätzlicher Dissipation und Deformation besonders in der Zucker-Schicht [LJ99], worauf auch das unterschiedliche Verhalten bei Kompression und Entlastung hindeutet.

Eine weitere Möglichkeit zur Überprüfung des Modells bietet sich durch Experimente, bei denen eine Glaskugel an einen Quarzresonator mit Goldelektroden angenähert wird (Abb. 4.14). Dazu wurde nicht der Surface Forces Apparatus verwendet, sondern der experimen-

telle Aufbau für Kontaktmechanik-Experimente von A. Laschitsch [Las99] (Kapitel 6), bei dem eine Kugel mit einem Piezoaktuator an den Quarz angenähert wird. Diese Aufbau ist wesentlich einfacher und damit auch weniger anfällig gegen Artefakte. Andererseits bietet er keine Möglichkeit, den Kontaktradius direkt zu bestimmen. Zum Vergleich zwischen Experiment und Modell wird deshalb für den Kontaktradius r_c ein Hertz-Kontakt ($r_c \propto L^{1/3}$, Abschnitt 2.2) angenommen.

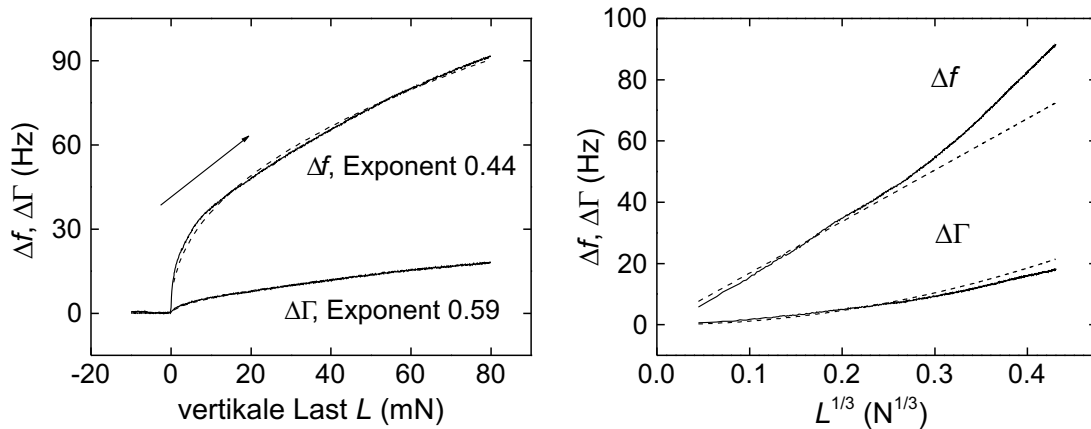


Abbildung 4.14: Änderung von Frequenz und Dämpfung bei der Annäherung einer Glaskugel an einen Quarz mit Goldelektroden als Funktion der vertikalen Last. Fits mit Potenzgesetzen liefern für die Abhängigkeit von der externen Last L Exponenten von 0.44 für δf und 0.59 für $\delta\Gamma$. Dagegen geht das Hertz-Modell von 0.33 für δf und 0.66 für $\delta\Gamma$ (gestrichelte Linien rechts) aus.

Für kleine Last ergibt sich eine recht gute Übereinstimmung zwischen Modell und Experiment. Die Diskrepanz bei größerer Last kann durch Unzulänglichkeiten des elastischen Punktkontakt-Modells oder durch Unzulänglichkeiten der Beschreibung mit Hertz- oder JKR-Modellen (Abb. 2.2) (wie beispielsweise durch Rauigkeit der Oberflächen, oder Kontamination) verursacht sein.

5. "Ring-down" Experimente

Eine Eigenmode eines Quarz-Resonators wird durch die Amplitude A , die Resonanzfrequenz f_0 und die Dämpfung Γ_0 beziehungsweise den Qualitätsfaktor Q charakterisiert. Es gibt mehrere Möglichkeiten, diese Resonanzparameter experimentell zu bestimmen. In der Anwendung als Schichtdickenmonitor wird der Quarz als aktives Rückkoppelglied in einem Resonanzschaltkreis [AHH⁺95, FDS00, RHK⁺95, RK96] (Pierce- [Fre78] oder Clapp- [BKAW01] Oszillatoren) betrieben. Hierauf soll in dieser Arbeit nicht weiter eingegangen werden. Desweiteren kann in der Frequenzdomäne die Impedanz $Z = R + iX$ des Quarzresonators als Funktion der Frequenz gemessen werden. Hierzu wird ein Impedanzanalysator oder Netzwerkanalysator verwendet. Die Eigenmoden des Schwingquarzes stellen sich in der Frequenzdomäne als Resonanzkurven (Lorentzkurven) dar, und die Resonanzparameter können mittels eines Fits bestimmt werden. Die Meßmethode wurde bereits in Kapitel 3 beschrieben. Das Maximum der Resonanzkurve stimmt im Falle großer Werte von Q bzw $\Gamma_0 \ll f_0$ näherungsweise mit der Resonanzfrequenz f_0 überein [Vog74]. Die Breite einer Resonanz wird durch die Dämpfungskonstante Γ_0 beschrieben. Zwischen der Dämpfungskonstante, der Resonanzfrequenz und dem Qualitätsfaktor besteht der Zusammenhang $Q = f_0/(2\Gamma_0)$ Alternativ dazu kann der Qualitätsfaktor als die Amplitudenüberhöhung an der Resonanzfrequenz gegenüber der Amplitude außerhalb der Resonanz angesehen werden (Abschnitt 3.4). Typische Werte für Q liegen bei Quarzresonatoren bei etwa 10^5 .

Eine weitere Möglichkeit, die Resonanzparameter eines Schwingquarzes experimentell zu bestimmen, ist das "ring-down" Verfahren (Abb. 5.1) [RHK⁺95, RK96, GS02], das in den folgenden Abschnitten beschrieben wird.

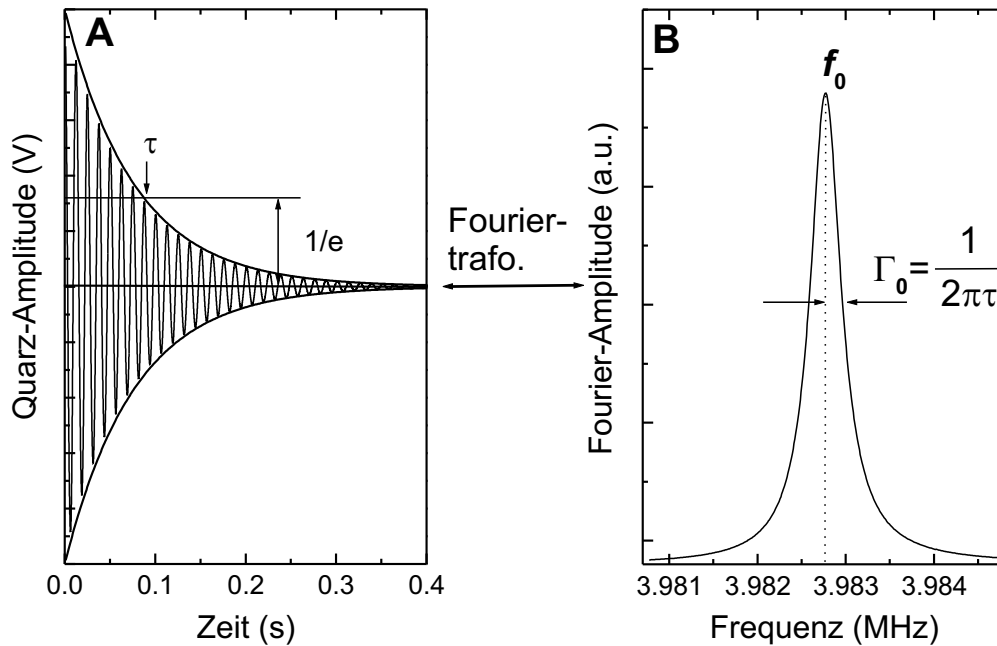


Abbildung 5.1: Schematische Gegenüberstellung der Meßmethoden in der Zeitdomäne (A) und in der Frequenzdomäne (B).

5.1 Das "ring-down" Verfahren

Wird an die Elektroden eines Quarzresonators eine Wechselspannung angelegt, so wird dieser zur Schwingung angeregt. Ist die Frequenz der angelegten Wechselspannung gleich der Resonanzfrequenz des Schwingquarzes, so ist die Schwingungsamplitude maximal (vgl. Lorentzkurve in Abb. 5.1 rechts). Wird die externe Anregung wieder ausgeschaltet, so klingt die Schwingung aufgrund der intrinsischen Dämpfung des Quarzes exponentiell ab (Abb. 5.1 links, [RHK⁺95, RK96, GS02]):

$$A(t) = A_0 e^{-t/\tau} \cos(2\pi f_0 t + \varphi) \quad (5.1)$$

wobei zwischen der Dämpfungskonstante Γ_0 und der Abklingzeit τ der Zusammenhang $\Gamma_0 = 1/(2\pi\tau)$ besteht. Im folgenden werden die Worte "Dämpfung" und "Abklingrate" synonym verwendet. Durch direktes Anfitzen der exponentiell abfallenden Cosinusschwingung gemäß Gl. 5.1 lassen sich alle Resonanzparameter bestimmen. In der Literatur wird dieses Verfahren auch als "ring-down" [BMK00] bezeichnet.

Experimentell wird diese Methode dadurch realisiert, daß wie in Abb. 5.2 das an den Schwingquarz angelegte Hochfrequenzsignal periodisch an- und ausgeschaltet wird. Dazu wird ein schneller elektronischer Schalter ("Mischer") verwendet, der – gesteuert von ei-

nem Rechtecksignal – das Hochfrequenzsignal an- und ausschaltet und dadurch den Quarz periodisch (Modulationsfrequenz 10–100 Hz) immer für eine kurze Zeit anregt und dann frei abklingen läßt (Abb. 5.3, [GS02, RHK⁺95, RK96]). Die Resonanzparameter werden dann in dem Zeitraum des freien Abklingens durch einen nichtlinearen Fit bestimmt.

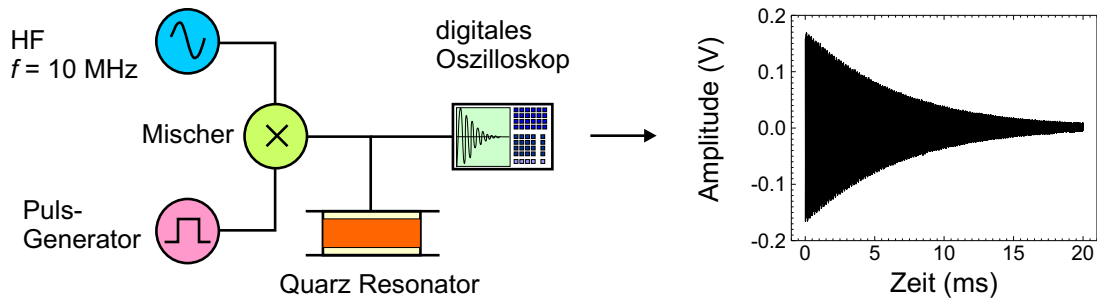


Abbildung 5.2: Hochfrequenzsignal und Rechteckfunktion werden gemischt, um den Quarz zur Schwingung anzuregen und ihn dann frei abklingen zu lassen (gemessene Abklingkurve, rechts).

Diese Meßmethode hat gegenüber der Messung mit dem Netzwerkanalysator den Vorteil, daß der Quarz während der eigentlichen Messung nicht von außen zur Schwingung angeregt wird, sondern *frei* abklingt.

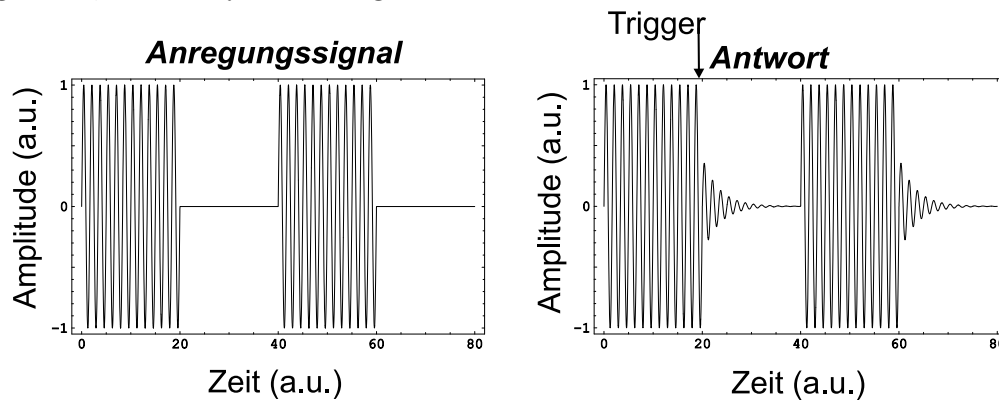


Abbildung 5.3: Schematische Darstellung des Anregungssignals alleine (links) und mit der Quarz-Abklingkurve (rechts)

Das digitale Oszilloskop wird auf das Ende des Rechteckpulses getriggert und die Abklingkurve mit einer Abtastrate von 10 MHz gemessen. Anschließend werden die Meßdaten vom Oszilloskop mittels einer GPIB-Schnittstelle (General Purpose Interface Bus) zu einem Computer übertragen und dort zur Bestimmung der Resonanzparameter mit einer exponentiell abfallenden Cosinus-Schwingung angefitet.

5.2 Charakteristik des Mischers

Der Mischer (Mini-Circuits, 15542 ZAD-3H) stellt einen sehr schnellen elektronischen Schalter dar, der getriggert durch den Rechteckpuls das Hochfrequenzsignal des Frequenzgenerators an- und ausschaltet. Während das eigentliche Abklingen eines Schwingquarzes

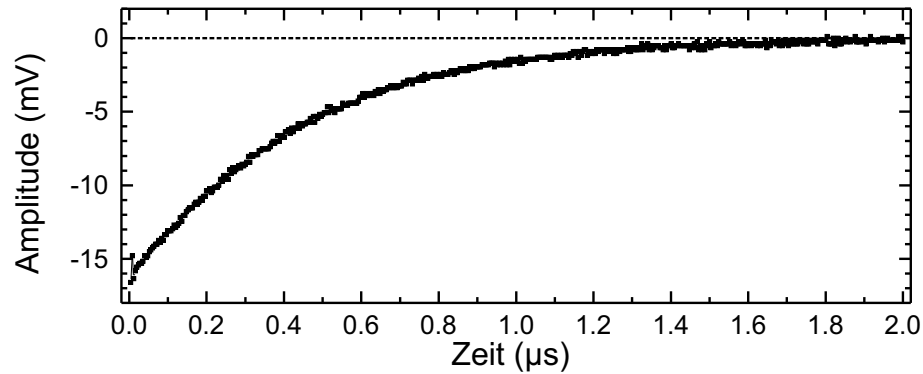


Abbildung 5.4: Charakteristik des Mischers (ohne Quarz): Der Mischer öffnet und schließt innerhalb von 1-2 μs .

etwa 10–20 ms dauert, öffnet und schließt der verwendete Mischer innerhalb von 1–2 μs (Abb. 5.4). Bei einer Frequenz der Quarzschwingung von 12 MHz entspricht diese Zeit ungefähr 500 Oszillationen. Daher wurden Daten aus den ersten 2 μs nach dem Triggerpuls vom Fit ausgeschlossen.

5.3 "Undersampling"

Um sowohl die Datenübertragung über die langsame GPIB Schnittstelle (Geschwindigkeit im kBit/s Bereich) zu beschleunigen, als auch die Datenmenge für den nichtlinearen Fit zu reduzieren, wird die Abklingkurve oft 15–25fach "undersampled". Undersampling bedeutet dabei, daß nur jeder 15–25te vom Oszilloskop digitalisierte Datenpunkt zum Computer übertragen wird. Insgesamt werden bei einer Messung maximal 4900 Datenpunkte übertragen. Somit liegt die resultierende Frequenz nicht bei 12 MHz, sondern bei 50–100 kHz und ist für einen nichtlinearen Fit im Hinblick auf numerische Probleme günstiger als 12 MHz. Die wahre Oszillationsfrequenz f_{true} des Schwingquarzes berechnet sich zu $f_{true} = k \cdot f_{sampling} \pm f_{fit}$. Sowohl k als auch das Vorzeichen sind zunächst unbekannt. Da man aber weiß, wo die Resonanzfrequenz ungefähr liegt, kann man k und das

Vorzeichen leicht erraten. Bei den meisten Messungen ist ohnehin nur der Frequenzunterschied vom frei schwingenden Zustand von Bedeutung, wodurch k komplett irrelevant ist und nur noch das Vorzeichen bestimmt werden muß.

Als Frequenzgenerator wurde das Modell HP3215A von Hewlett-Packard verwendet und als Funktionsgenerator für den Rechteckpuls das Modell 8201 von Kontron. Zur Digitalisierung der Abfallskurven wurde ein Digital-Oszilloskop (die Modelle 9354AM und Waverunner LT374L von Lecroy) mit 500 MHz Auflösung verwendet und die digitalisierten Daten per GPIB-Schnittstelle zu einem Computer übertragen.

5.4 Genauigkeit

Die absolute Genauigkeit des Verfahrens hängt in erster Linie von der absoluten Frequenzgenauigkeit der verwendeten elektronischen Geräte ab. Hier sind besonders das digitale Oszilloskop und der HF Frequenzgenerator zu nennen. Während die Frequenzstabilität beider Geräte von unter 1 Hz durch temperierte Quarzresonatoren (oven controlled crystal oscillator, OCXO) gewährleistet ist, sind die Frequenzen absolut höchstens auf 100 Hz genau. Konkret laufen die inneren Uhren beider Geräte um einen Faktor 10^{-5} unterschiedlich schnell. Da in diesem Zusammenhang nur Frequenzverschiebungen von Interesse sind, ist dieser Unterschied ohne praktische Bedeutung.

Das "ring-down" Verfahren mit dem nichtlinearen Fit liefert bei Quarzresonatoren (1/2 Zoll Durchmesser, 4 MHz Grundton) bei dem Oberton bei 12 MHz und einer Dämpfung von 43 Hz eine Reproduzierbarkeit der Resonanzfrequenz von etwa 0.5 Hz und der Dämpfungskonstanten von etwa 0.2 Hz (Abb. 5.5). Die Standardabweichungen mit 0.12 Hz für die Frequenz und 0.021 Hz für die Dämpfung bei 270 Datenpunkten sind noch wesentlich geringer.

Durch Mittelung über mehrere Datenpunkte kann die Genauigkeit deutlich erhöht werden. Dies bedeutet aber auch automatisch eine längere Dauer bei der Aufnahme eines Datenpunktes. Hier besteht noch bisher ungenutztes Potential, da die Geschwindigkeit der Methode hauptsächlich durch die Übertragungsgeschwindigkeit der Daten vom Oszilloskop zum Computer und den nichtlinearen Fit bestimmt wird. Derzeit dauert die komplette Messung eines Datenpunktes inklusive Fit je nach Komplexität der Analyse 5–15 s. Erhöht man die Übertragungsgeschwindigkeit und die Geschwindigkeit des Fits,

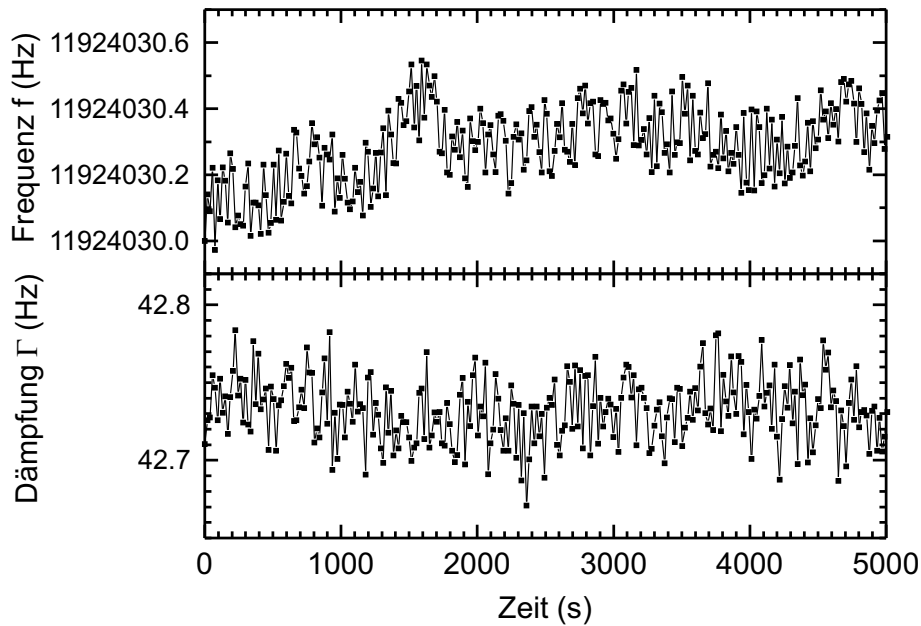


Abbildung 5.5: Genauigkeit des Ring-down Verfahrens beim Bestimmen der Resonanzparameter (hier Resonanzfrequenz und Dämpfung, 1/2-Zoll Quarz beim 12 MHz-Oberton)

so könnten bis zu 50 Datenpunkte pro Sekunde (entsprechend der inversen Abklingzeit) aufgenommen werden.

Über längere Zeiträume (mehrere Stunden bis Tage) tritt eine größere Drift der Resonanzparameter auf, die hauptsächlich auf thermische Effekte zurückzuführen ist. Diese Drift bewegt sich im Rahmen von $\delta f \approx \delta \Gamma \approx 1\text{--}5$ Hz pro Tag.

Steigt die Dämpfung des Schwingquarzes an, nimmt die Genauigkeit des Fits bei der Dämpfung schnell ab. Bei einer Dämpfung von $\Gamma = 100$ Hz ist $\delta \Gamma = 1$ Hz. Ein zweiter Effekt ist etwas subtiler und macht sich bei großen Schwingungsamplituden zunächst nicht so sehr bemerkbar. Durch eine wachsende Dämpfung verringert sich die Schwingungsamplitude. Damit verschlechtert sich das Signal-Rausch-Verhältnis der eigentlichen Messung und verringert die Genauigkeit des nichtlinearen Fits. Dieser Effekt zeigt keine lineare Abhängigkeit von der Amplitude. Bei hohen Amplituden spielt der Effekt keine Rolle. Erst wenn die Amplitude eines wesentlichen Teils des Abklingens in den Bereich des elektronischen Rauschens (etwa 0.5 mV) kommt, gibt es signifikante Beeinträchtigungen. Wenn die Schwingungsamplitude am Beginn des "ring-down" einen Wert von 5 mV unterschreitet, ist keine Messung mehr möglich.

5.5 Nichtlineare Effekte des frei schwingenden Quarzes

Da das Energy-Trapping mit der Obertonordnung zunimmt, und damit auch die Lokalisierung der Schwingung in die Mitte des Quarzes (wodurch die Effekte durch die Halterung stark vermindert werden), ist es vorteilhaft, den Quarz nicht bei seinem Grundton, sondern bei einem Oberton zu betreiben. In dieser Arbeit wurden hauptsächlich Schwingquarze im AT-Schnitt mit 4 MHz Grundton verwendet, die bei dem 12-MHz Oberton (3. Harmonische) eingesetzt wurden. Noch höhere Obertöne waren nicht zugänglich, weil der Frequenzgenerator eine Maximalfrequenz von 20 MHz hat.

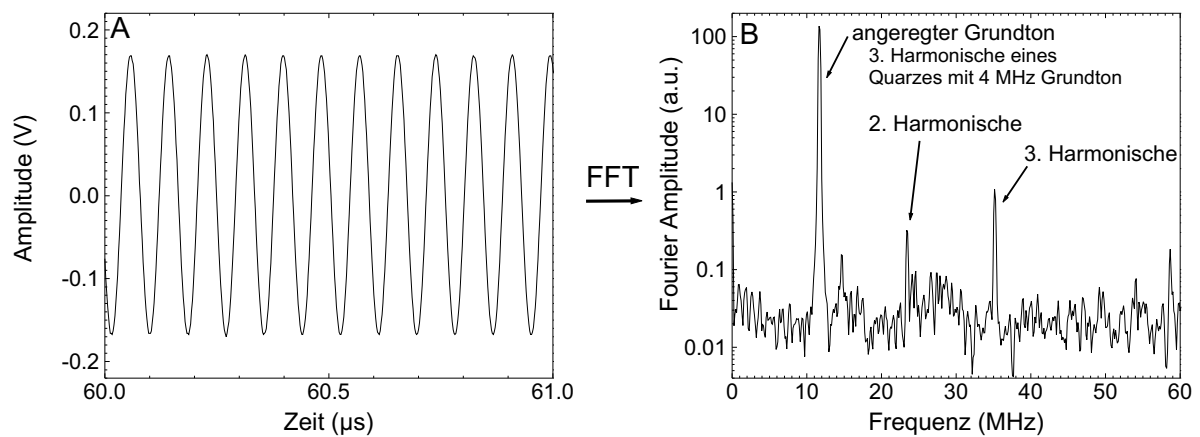


Abbildung 5.6: Ausschnitt weniger Wellenzüge aus dem Zeitsignal und dessen Fouriertransformierte

Da in den Kapiteln 7 und 8 durch mechanische Kontakte verursachte Nichtlinearitäten in der Quarzschwingung analysiert werden, muß zuerst einmal die freie, ungestörte Quarzschwingung hinsichtlich der vorliegenden Nichtlinearitäten untersucht werden. Dazu wird aus der ganzen Abklingkurve ein kleines Fenster ausgewählt, das mit der maximalen Auflösung des Oszilloskops (500 MHz) gesampelt wird. Es zeigen sich die einzelnen Oszillationen (Abb. 5.6 links). Auf dieser Zeitskala ist der exponentielle Abfall nicht sichtbar. Dieses Zeitsignal mit 4096 Punkten wird mittels einer Fast Fourier Transform (FFT) in den Frequenzraum transformiert. Die Quarzschwingung stellt sich dort (Abb. 5.6 rechts) als Peak bei 12 MHz dar.

Da eine Fouriertransformation eigentlich auf einer unendlich langen Zeitreihe durchgeführt werden müßte, Messungen aber auf endlichen Zeitintervallen ablaufen, kommt es im Frequenzraum zur Faltung der Fouriertransformierten des eigentlichen Datensatzes mit der Fouriertransformierten der Rechteckfunktion (Repräsentation des endlichen Zeitin-

tervalls), was eine Verzerrung des Spektrums bewirkt. Durch unterschiedliche Fenster-Funktionen (die Daten werden in der Zeit-Domäne mit der entsprechenden Fenster-Funktion multipliziert) kann dieser Effekt abgeschwächt werden ("Windowing" [PTVF92]). Dabei kommt es nicht zur Verschiebung von Frequenzpositionen. In der Regel wurde das Hann-Fenster [PTVF92] verwendet, weil diese Fensterfunktion einen scharfen Peak am wenigsten verbreitert.

Der Peak bei 12 MHz entspricht der angeregten Schwingungsmode des Quarzes. Es zeigen sich weitere Peaks bei ganzzahligen Vielfachen von 12 MHz, wie beispielsweise ein sehr schwacher Peak bei 24 MHz (diese Mode ist aus Symmetriegründen elektrisch nur sehr schwer anregbar) und ein weiterer Peak bei etwa 36 MHz (die 3. Harmonische).

Nichtlinearitäten in der Quarz-Schwingung treten in Form höherer Harmonischer auf. Es gibt dafür zwei Quellen:

1. Der Frequenzgenerator. Dieser zeigt ab +6 dBm starke Obertonamplituden (Abb. 5.7 links).
2. Intrinsische Nichtlinearitäten des Quarzresonators. Diese zeigen sich ab einer Anregungsleistung von -4.5 dBm (Abb. 5.7 rechts). Außerdem ändern sich ab -4 dBm sowohl Resonanzfrequenz als auch die Dämpfung des Quarzes mit der Treiberleistung.

Um diese Nichtlinearitäten zu vermeiden, wurden in dieser Arbeit alle Messungen bei einer Treiberleistung von -5 dBm durchgeführt.

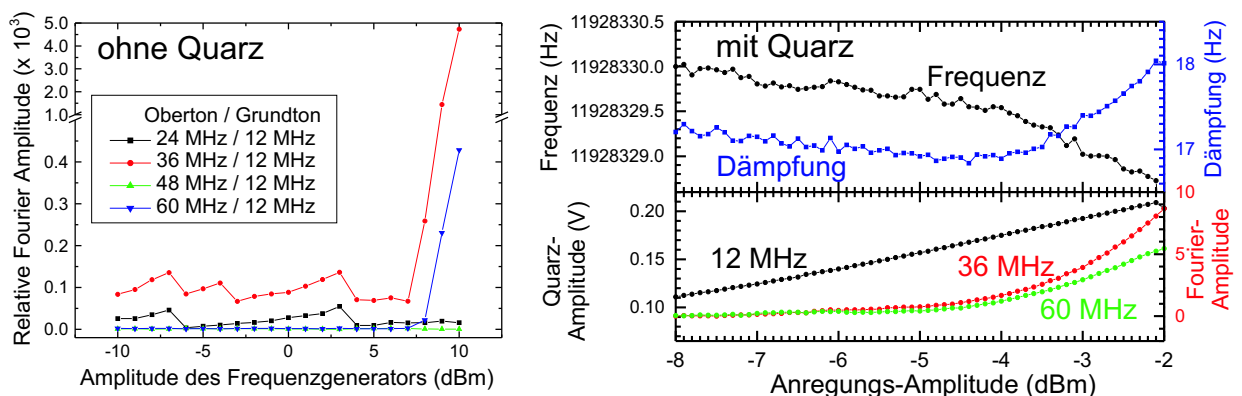


Abbildung 5.7: Nichtlinearitäten des Frequenzgenerators allein (links) und mit Quarz (rechts) als Funktion der Ausgangsleistung des Frequenzgenerators

Im "ring-down"Verfahren wird der Quarz stets in der Nähe der Resonanzfrequenz angeregt. Dabei ist der Einfluß der Anregungsfrequenz auf die Bestimmung der Resonanzfrequenz und der Dämpfung zwar gering (Abb. 5.8), aber dennoch nicht ganz zu vernachlässigen.

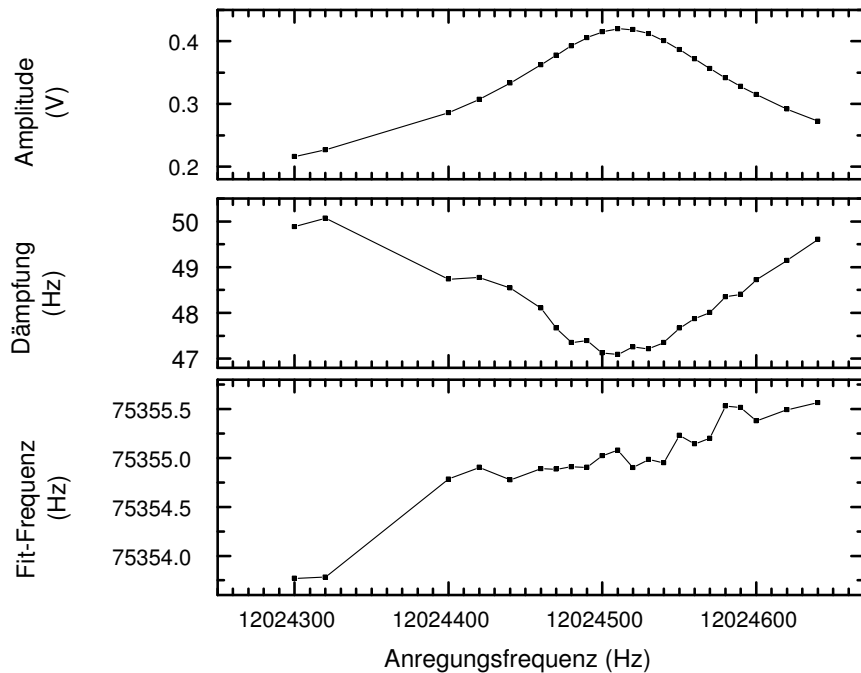


Abbildung 5.8: Einfluß der externen Anregungsfrequenz auf die Bestimmung der Resonanzfrequenz und der Dämpfung

Eine Variation der Anregungsfrequenz über die Resonanzfrequenz hinweg führt zu einer Resonanzkurve (oberer Teil in Abb. 5.8). Sie kann zur anfänglichen Ermittlung der Resonanzfrequenz herangezogen werden. Ändert sich während eines Experimentes die Resonanzfrequenz des Quarzresonators, so muß die Anregungsfrequenz in gleichem Maße nachgeführt werden, um stets eine möglichst große Schwingungsamplitude zu gewährleisten und Artefakte zu verhindern.

5.6 Amplitudenabhängigkeit von Frequenz und Dämpfung

Die Abklingkurve eines frei schwingenden Quarzes läßt sich wie in der Literatur diskutiert [RHK⁺95, RK96] mit Gleichung 5.1 beschreiben, also mit einer für den ganzen Abkling-

prozeß konstanten Frequenz und Dämpfungskonstanten. Anders ausgedrückt sind im Falle von linearem Antwortverhalten beziehungsweise einer harmonischer Schwingung die Resonanzfrequenz und Dämpfung *unabhängig* von der Schwingungsamplitude. Dies läßt sich experimentell überprüfen, indem die Abklingkurve (Abb. 5.2) in 10 gleichlange Zeitintervalle unterteilt wird und in jedem Intervall die Resonanzparameter bestimmt werden. So ergeben sich Resonanzfrequenz und Dämpfung als Funktion der Amplitude. Für einen freischwingenden Quarz sind die Resonanzparameter im wesentlichen konstant (Abb. 5.9). Aufgrund der kleineren Zeitintervalle ist die Ungenauigkeit mit etwa 1 Hz größer als beim Fit der ganzen Abklingkurve. Bei kleinen Amplituden treten stärkere Abweichungen auf, die aber auf die Meßfehler bei kleinen Amplituden zurückzuführen sind.

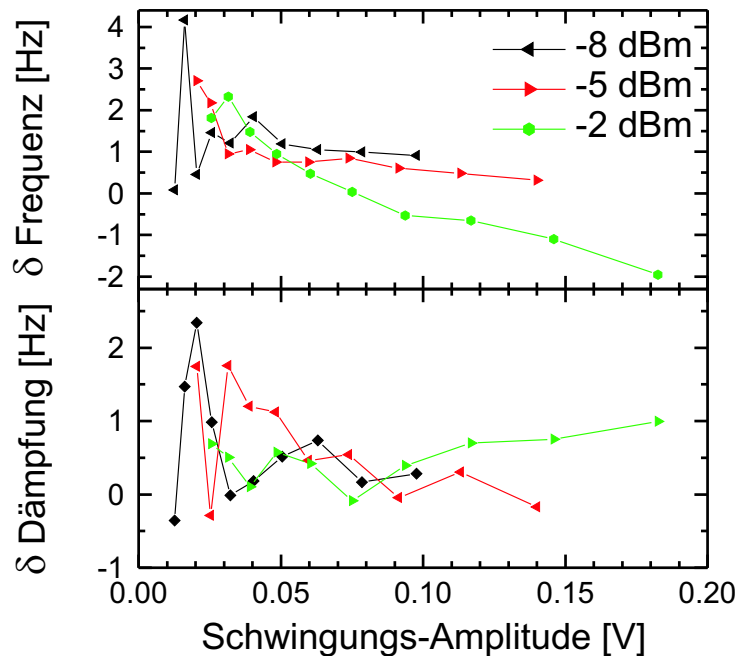


Abbildung 5.9: Amplitudenabhängigkeit von Resonanzfrequenz und Dämpfung des Quarzes als Funktion der Anregungsleistung

Wiederum zeigt sich, daß bis zu einer Anregungsleistung von -5 dBm das Schwingungsverhalten des Quarzes weitgehend harmonisch ist. Die Abklingkurve fällt *exponentiell* ab, da auch bei der Unterteilung in Zeitintervalle in jedem Abschnitt die gleichen Resonanzparameter vorliegen.

5.7 Wie würde Stick-Slip im "ring-down" aussehen?

Bei dem Zeitdomänenverfahren ist wegen der elektro-mechanischen Analogie die elektrische Amplitude direkt proportional zur mechanischen Auslenkung an der Quarzoberfläche. Daher lassen sich Ereignisse in der mechanischen Amplitude auch direkt im elektrischen Signal finden. Dies soll hier beispielhaft an Modellrechnungen und einem naiven Modell für Stick-Slip in periodischen Bewegungen diskutiert werden. Wie bereits in Abschnitt 2.3.1 erwähnt wurde, ist Reibung häufig mit Stick-Slip verbunden. Beim Gleiten auf einer Ebene in einer Richtung kommt die Gleitbewegung durch Adhäsion oder mechanische "Verhakung" kurzzeitig zum Stillstand (Stick). Trägheit und Federkräfte überwinden nach kurzer Zeit diese Verhakung und die Bewegung (Slip) wird bis zum nächsten Stick fortgesetzt. Nach einem naiven Modell würden in der periodischen Quarz-Schwingung die

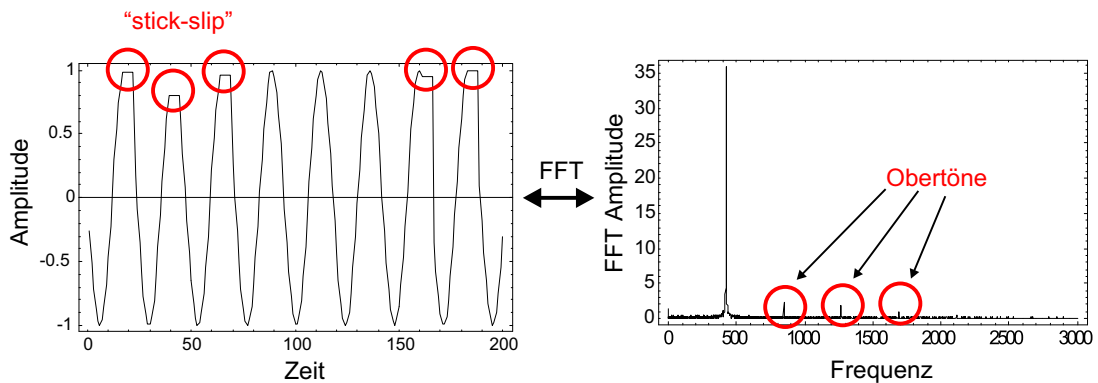


Abbildung 5.10: Stick-Slip in der periodischen Quarzschwingung (Simulationsrechnung)

Stick-Slip Ereignisse – wie in Abb. 5.10 sehr übertrieben dargestellt – aussehen:

1. Bei hoher Auslenkung ist die Geschwindigkeit gering und die Wahrscheinlichkeit für den Stick steigt.
2. Dann steigt die Amplitude aber nicht weiter an, sondern bleibt konstant.
3. Nach dem Umkehrpunkt (Maximum) steigt die Geschwindigkeit wieder an und der Slip erfolgt.

Dies würde zu abgeschnittenen Spitzen in der Sinus-Bewegung führen, die im weiteren Verlauf dieser Arbeit als "edge-events" bezeichnet werden.

Diese Spitzen lassen sich direkt im Zeitsignal detektieren. Um sie quantitativ zu erfassen,

eignet sich die Länge der abgeschnittenen Spitze (Anzahl der Datenpunkte bei gleicher Auslenkung), wobei auch zufällig abgeschnittene Spitzen bedingt durch Rauschen und endliche Genauigkeit der Digitalisierung entstehen können. Zur Quantifizierung wird die Anzahl der Datenpunkte mit gleicher Amplitude am Schwingungsmaximum verwendet. Um "echte" Ereignisse von zufälligen (Rauschen, Digitalisierungsfehler) zu unterscheiden, beginnt die Zählung bei 3 Datenpunkten mit gleicher Amplitude. Da die Wahrscheinlichkeit für ein echtes Ereignis mit der Länge steigt, werden 4 Datenpunkte mit einem Faktor 10 gewichtet, 5 und mehr Datenpunkte mit einem Faktor 100.

Die Spitzen zeigen sich ebenfalls nach einer Fourier-Transformation des Zeitsignals als Anstieg bei Obertonamplituden (Abb. 5.10 rechts). Aus Symmetriegründen erwartet man beim Stick-Slip ungerade Obertöne, da keine Symmetrie bei Inversion der Geschwindigkeit vorliegt. Während Obertonamplituden ein sehr allgemeines Maß für Nichtlinearitäten sind, stellen die "edge events" ein sehr spezielles Maß für Stick-Slip nach obiger Vorstellung dar.

5.8 Strategie beim nichtlinearen Fit

Eine typische Reibungsmessung umfaßt die Aufnahme und Analyse von 100 bis 5000 Datenpunkten. Dies macht die Notwendigkeit einer vollständigen Automatisierung der Messung und Datenanalyse deutlich. Ein weiterer wichtiger Punkt ist der im vorherigen Abschnitt diskutierte Einfluß der Anregungsfrequenz (Abb. 5.8) auf die Quarzschwingung. Um Artefakte zu vermeiden und eine ausreichende Schwingungsamplitude zu sichern, muß der Quarz immer auf seiner Resonanzfrequenz angeregt werden. Ändert sich diese, muß die Anregungsfrequenz nachgeführt werden. Dies bedeutet, daß die aufgenommenen Abklingkurven sofort analysiert werden müssen und die Resonanzparameter während der eigentlichen Messung bestimmt werden müssen.

Der Kern dieser Automatisierung ist der nichtlineare Fit mit dem Levenberg-Marquardt-Algorithmus aus [PTVF92]. Dieser wurde in ein selbstgeschriebenes Borland Delphi 5.0 Programm implementiert. Um zu gewährleisten, daß der Fit sowohl präzise Ergebnisse liefert, als auch robust gegen Ausreißer ist, wird die in Abb. 5.11 dargestellte Strategie verfolgt: Nach der eigentlichen Messung, der Digitalisierung durch das Oszilloskop und der Datentübertragung zum Computer (über die GPIB Schnittstelle) müssen zunächst

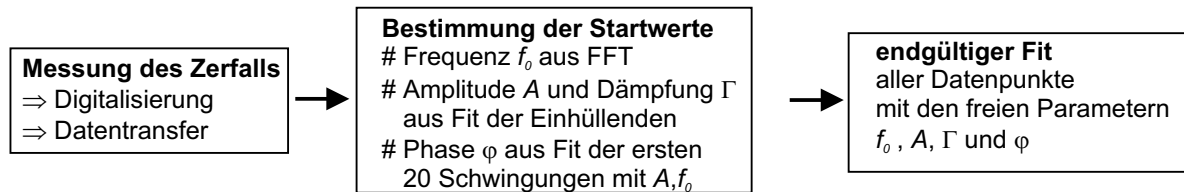


Abbildung 5.11: Strategie beim nichtlinearen Fit

zuverlässige Startwerte für den Fit bestimmt werden. Als robuste Methode hat sich dabei die Bestimmung der Startfrequenz f_0 durch eine Fourieranalyse (FFT Algorithmus aus [PTVF92]) und die Bestimmung von Amplitude A und Dämpfung Γ aus dem Fit der Einhüllenden mit $A \cdot e^{-\Gamma t}$ erwiesen. Die Einhüllende wurde durch abschnittsweises

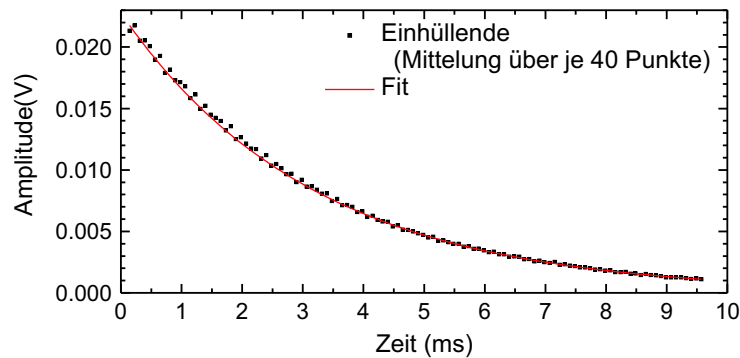


Abbildung 5.12: Berechnung der Einhüllenden der Abklingkurve durch abschnittsweises Aufsummieren der Amplitudenquadrate

Aufsummieren der Amplitudenquadrate aus der Abklingkurve bestimmt (Abb. 5.12). Als "robust" ist hier die Unempfindlichkeit "Ausreißer" zu verstehen. Die Phase φ wurde bestimmt, indem bei festgehaltener Amplitude A und Frequenz f_0 und freigegebener Phase φ die ersten 20 Oszillationen (bei denen kein exponentieller Abfall zu sehen ist) mit $A \cdot \cos(2\pi f_0 t + \varphi)$ angefitet wurden. Werden nichtlineare Fits benutzt, um Startwerte zu bestimmen, so kann die Strategie verfolgt werden, die Parameter zunächst grob zu schätzen und dann einzeln auf einigen wenigen Oszillationen zu verfeinern, wobei jeweils nur ein Parameter für den Fit freigegeben wird. Auf einem kleinen Datensatz kann der Fit leichter sein Fehlerminimum (insbesondere die richtigen Frequenzen) finden, liefert aber keine so exakten Ergebnisse. Bezieht man mehr Schwingungen ein, so bekommt die multidimensionale "Fehlerquadrat-Landschaft" ein schärferes und tieferes Minimum. Damit werden die Resultate exakter, falls der Fit erfolgreich ist. Mit ungenauen Startwerten

erreicht man dieses Minimum aber nicht mehr. Mit den möglichst exakt bestimmten Startwerten wurde der endgültige Fit auf dem gesamten Datensatz (komplette Abklingkurve) mit der Fitfunktion 5.1 durchgeführt und so die Resonanzparameter mit der in Abb. 5.5 gezeigten Genauigkeit bestimmt. Anschaulich beschrieben waren die Fits so "gut", daß im Falle eines frei abklingenden Quarzes meist kein Unterschied zwischen experimentellen Daten und Fitkurve sichtbar war.

6. Experimenteller Aufbau

6.1 Mechanischer Aufbau

Zur Durchführung von Kontaktmechanik- und Reibungsexperimenten wurde von A. Lashitsch der in Abb. 6.1 gezeigte Meßaufbau konstruiert [Las99]. Ein Testkörper mit sphärisch gekrümmter Oberfläche wird vertikal an einen Schwingquarz angenähert. Der Schwingquarz ist mittels eines Halters zur elektrischen Kontaktierung fest mit der Basisplatte verbunden. Zur groben Annäherung des Testkörpers wird ein x, y, z -Piezo-Trägheitstisch (PT30, OWIS) mit einer maximalen Reichweite von 5 mm in jeder Richtung verwendet. Während der eigentlichen Messung ist dieser Tisch aber inaktiv und kann als statisches Element betrachtet werden. Die Fein-Annäherung wird mit einem kapazitiv geregelten z -Piezo-Tisch (P-732.2C, Physik Instrumente (PI)) realisiert. Dieser besitzt eine maximale Reichweite von $12 \mu\text{m}$ und erlaubt aufgrund der kapazitiven Regelung eine Positionierungsgenauigkeit von unter 1 nm.

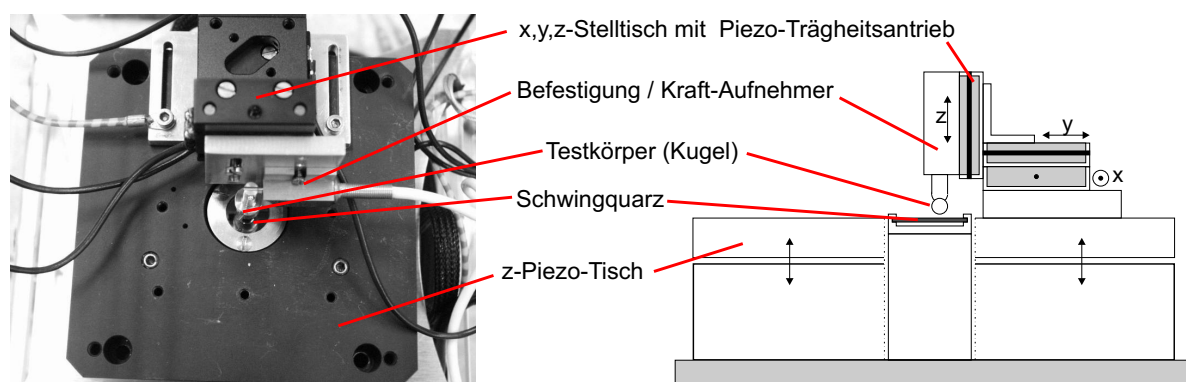


Abbildung 6.1: Photo und schematische Skizze des Meßaufbaus für Kontaktmechanik- und Reibungsexperimente

Abb. 6.2 zeigt schematisch die Verhältnisse am Kontaktbereich. Ein Testkörper mit

gekrümmter Oberfläche, beispielsweise eine Kugel, wird mit Hilfe des Piezotisches vertikal an den lateral oszillierenden Schwingquarz angenähert.

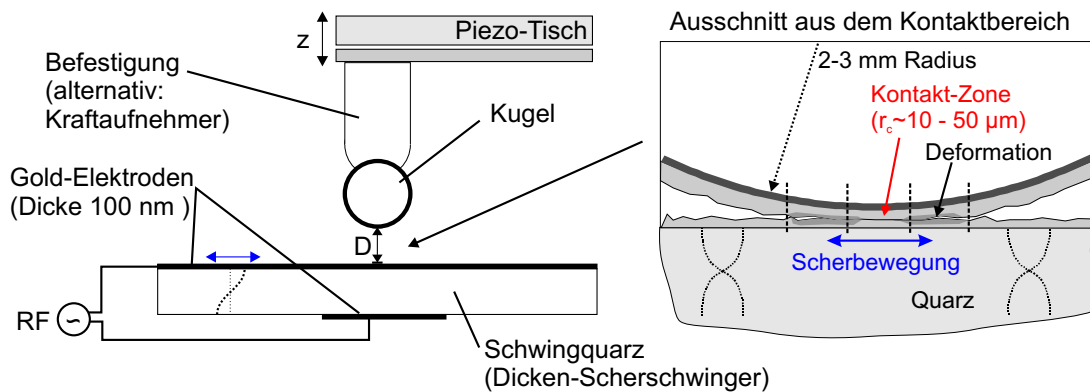


Abbildung 6.2: Schematische Skizze des Meßaufbaus mit Vergrößerung des Kontaktbereiches.

In die Halterung des Testkörpers kann alternativ ein Kraftaufnehmer (ELG-H20, Entran) integriert werden, um Normalkräfte zu messen. Typische Kräfte waren im Bereich von -10 bis $+10$ mN. Eine detaillierte Beschreibung des Meßaufbaus wird in Kapitel 5 in [Las99] gegeben. Zum Schutz vor Kontamination wurde in dieser Arbeit der in Abb. 6.1 gezeigte Aufbau in eine transparente Polycarbonat-Box ($20 \times 20 \times 40$ cm³) integriert, was auch eine Versuchsführung unter Stickstoffatmosphäre oder getrockneter Luft ermöglicht.

6.2 Testkörper

Als Testkörper wurden in dieser Arbeit zwei verschiedene Objekte verwendet:

- polierte *Kugel* aus Siliziumnitrid für Kugellager (Ekasin2000, Elektroschmelzwerk Kempten, Deutschland) mit 5 mm Durchmesser, Dichte = 3.15 g/cm³, Elastizitätsmodul ≈ 300 GPa, Poisson-Zahl ≈ 0.27 , und einer thermischen Ausdehnung von $3.5 \cdot 10^{-6}$ K⁻¹. Die Rauigkeit wurde von [Las99] mit dem AFM zu weniger als 3 nm bestimmt. Die Kugel wurde nach intensiver Reinigung mit alkalischer Tensidlösung im Ultraschallbad mit einem glasartig vernetzenden Exoxid-Klebstoff auf einen Messing-Halter aufgeklebt und für die Messungen wahlweise auch mit einer dünnen Schicht aus Gold, Silber oder Kupfer thermisch bedampft.
- an einem Ende *rundgeschmolzener Glaszylinder* aus Floatglas mit Krümmungsradius von 2.5 mm an der Rundung, der mit UV-härtbarem Klebstoff für optische Anwen-

dungen (Norland Adhesive 83H) auf einen Quarzglas-Zylinder aufgeklebt wurde. AFM-Untersuchungen haben eine Rauigkeit von $\sigma_{rms} < 1$ nm an der Rundung ergeben. Mit dem rundgeschmolzenen Glaszylinder ergibt sich die gleiche Geometrie wie bei der Kugel (Abb. 6.2), aber die Kontaktfläche ist durch den transparenten Glaszylinder hindurch ähnlich wie beim SFA optisch zugänglich.

6.3 Mechanische Störungen

6.3.1 Schwingungsisolierung

Obwohl sich der Meßaufbau auf einer massiven Marmorplatte (die ihrerseits mit Gummidämpfern auf Ytong-Steinen gelagert war) befand, zeigte die optische Interferometrie (Abb. 6.5), daß die mechanischen Vibrationen durch das Schließen einer Tür und sogar schon durch das Vorbeigehen einer Person den Kugel-Quarz-Abstand merklich beeinflussen. Hauptproblem sind Schwingungen, die durch Mauern und Decken des Gebäudes übertragen werden, und weniger der Schall durch die Luft. Daher wurde der gesamte Meßaufbau inklusive der transparenten Ummantelung auf einen aktiv gedämpften Vibrationsisolationstisch (Halcyonics) gestellt, der die meisten Vibrationen abfängt.

6.3.2 Drift

Die Hauptursache für eine Drift des Kugel-Quarz-Abstandes mit der Zeit sind vor allem die thermische Expansion, die Längenänderungen in allen Bauteilen hervorruft. Für die Betrachtung der Drift kann der Stepping-Motor als statisches Element betrachtet werden, da er während der Messung nicht eingeschaltet ist. Die thermische Drift der festen Metallteile kann über den thermischen Ausdehnungskoeffizienten abgeschätzt werden. Der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient für Aluminiumlegierungen liegt bei etwa $23 \cdot 10^{-6} / ^\circ\text{C}$ [Vog74].

Zur experimentellen Bestimmung der Drift im Kontakt wird zunächst eine typische Messung durchgeführt. Zu Beginn befinden sich Quarz und Testkörper nicht im Kontakt. Der Testkörper wird angenähert, bis der Kontakt stattfindet, und anschließend wird der nominelle Abstand mittels des Piezotisches weiter verringert, wodurch die Normalkraft ansteigt. Parallel dazu werden die Resonanzparameter des Schwingquarzes gemessen (Abb.

6.3A). Anschließend wird der Testkörper an eine Position außerhalb des Kontaktes gefahren, die sehr nahe am Kontaktpunkt liegt. Während der Quarz in den Kontakt driftet, werden die Resonanzparameter des Quarzes als Funktion der Zeit gemessen (Abb. 6.3B). Die zeitliche Drift der Resonanzparameter läßt sich mit der vorher gemessenen Abhängigkeit der Resonanzparameter von der z -Position in eine Drift der z -Position als Funktion der Zeit umrechnen. Gemessen an der Änderung der Resonanzfrequenz als Funktion des Abstandes entspricht die $\delta f \approx 52$ Hz einer mechanischen Drift von etwa $0.3 \mu\text{m}$ über einen Zeitraum von 500 Minuten, beziehungsweise 0.6 nm/min . Dies stimmt auch mit der häufig beobachteten Drift des Kontaktpunktes bei wiederholten Messungen an derselben Probe (siehe z.B. Abb. 7.3) von etwa 0.2 nm/min gut überein.

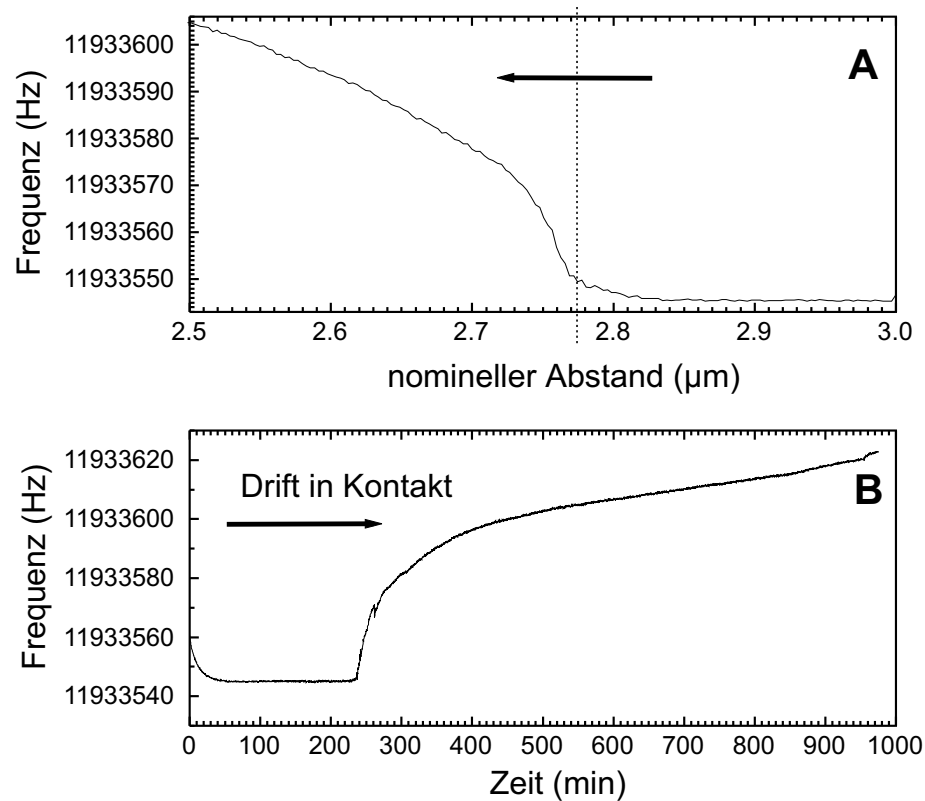


Abbildung 6.3: Messung zur Bestimmung der Drift im Reibungsexperiment. (A) Aufnahme der Resonanzparameter als Funktion des Abstandes und (B) Messung der Drift der Resonanzfrequenz als Funktion der Zeit, während der Testkörper in Kontakt driftet.

6.4 Artefakte und Einschränkungen bei Zeitdomänenmessungen

Tritt bei einem Kontaktmechanik-Experiment ein Testkörper in Kontakt mit dem Quarzresonator, so erhöht sich die Dämpfung und die Schwingungsamplitude sinkt mitunter bis auf ein Drittel ihres anfänglichen Wertes. Eine Meßbereichsnachführung kann die Empfindlichkeit des Oszilloskopes der gesunkenen Amplitude anpassen. Eine typische mit dieser "Meßbereichsnachführung" gewonnene Messung ist in Abb. 6.4 dargestellt. Die

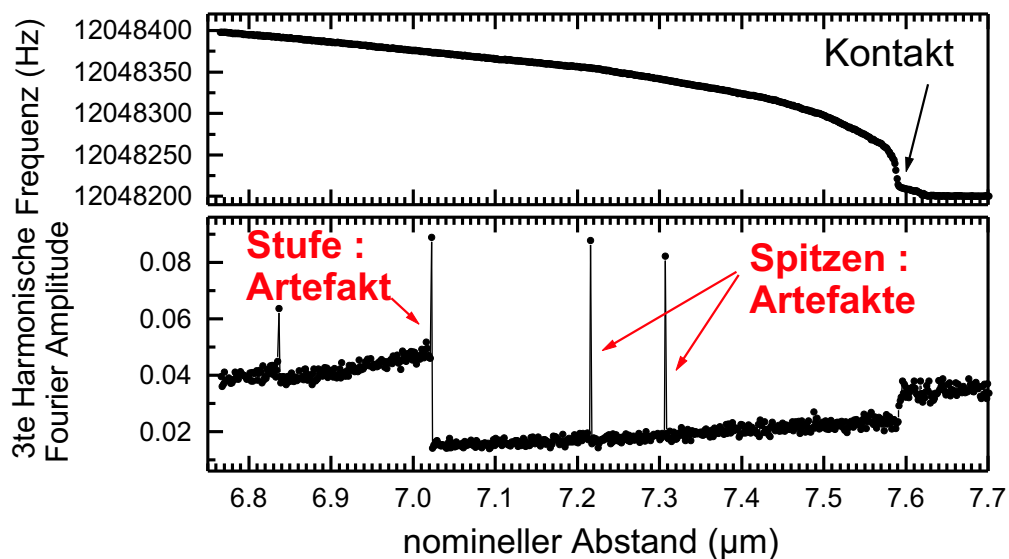


Abbildung 6.4: Artefakte bei der Obertonamplitude im Kontakt

Fourieramplitude der 3. Harmonischen zeigt *Stufen* und *Spitzen*. Diese sind Artefakte dieser Meßbereichsnachführung, da bei der Veränderung der Spannungsempfindlichkeit des Oszilloskops in bestimmten Spannungsbereichen die Analog-Digital-Konverter gewechselt werden, die dann entweder eine andere Charakteristik haben oder einfach noch nicht warm sind. Die Effekte treten nur bei der Obertonanalyse mittels FFT auf.

6.5 Sauberkeit der Kontaktfläche

Verunreinigungen im Kontaktbereich können ein Kontaktmechanik- oder Reibungsexperiment sehr stark beeinflussen. Solche Verunreinigungen werden hier in zwei Kategorien unterteilt:

- mikroskopische Partikel (Staub aus der Luft), die mit einem Lichtmikroskop sichtbar

sind

- Adsorbatschichten aus organischen Molekülen, wie beispielsweise Thiole in der Laborluft, oder von Menschen ausgeatmete Kohlenwasserstoffe

Um bei der Messung ein Gebiet auf der Oberfläche zu finden, das frei von mikroskopischen Partikeln ist, wurde ein Aufsicht-Mikroskop (Abb. 6.5) in den Meßaufbau integriert.

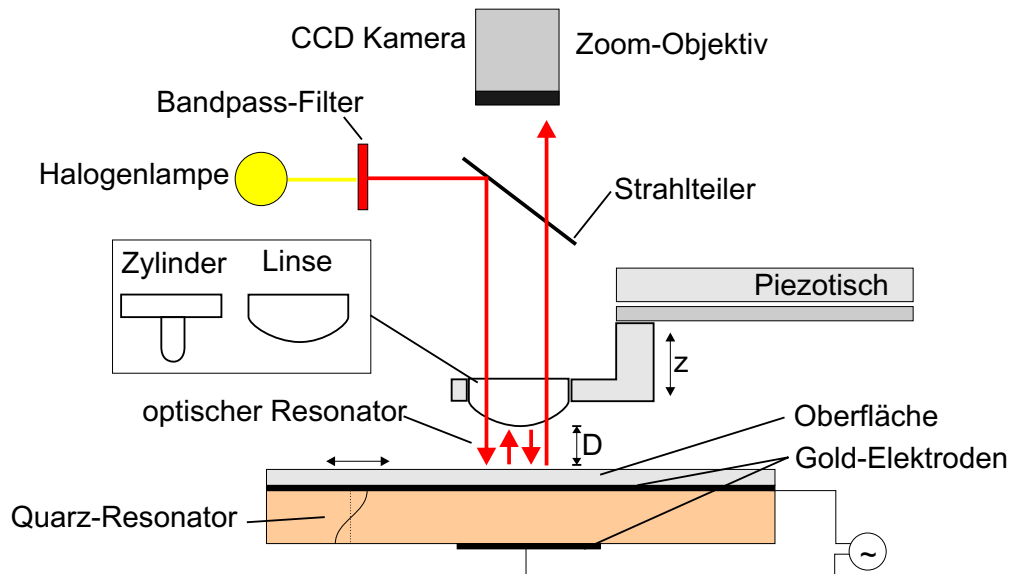


Abbildung 6.5: Meßaufbau mit Lichtmikroskop

Normale Lichtmikroskop-Objektive sind allerdings ungeeignet, da sie einen zu geringen Arbeitsabstand haben und bei Fokussierung der Testkörper nicht mehr zwischen Objektiv und Quarzoberfläche passen würden. Es wurde eine Zoom-Objektiv (Optem) mit einem Arbeitsabstand von 4 cm zusammen mit einer digitalen Sony CCD-Kamera (1024×768 Pixel mit 8 Bit pro Pixel und FireWire Schnittstelle) verwendet. Um die Kontaktfläche in situ beobachten zu können, wurde der rundgeschmolzene Glaszylinder als Testkörper verwendet. Eine aufgedampfte dünne semitransparente Schicht Silber (50 nm Dicke) oder Gold (etwa 20 nm) macht auch hier metallische Oberflächen verfügbar. Alternativ kann auch eine optische Linse verwendet werden. Wegen des langen Hebelarms bei der Halterung der Glaslinse und des rundgeschmolzenen Glaszylinders war die Integration des Normalkraft-Aufnehmers mechanisch zu instabil. Bei den in dieser Arbeit gezeigten Messungen mit dem integrierten optischen Mikroskop wurde die Normalkraft nicht gemessen. Durch einen schmalbandigen optischen Filter (Schott DAD8, 628.2 nm mit 10 nm Breite,

ITOS GmbH, Mainz) werden die Interferenzen durch den optischen Resonator zwischen Linse und Quarz als Newton-Ringe sichtbar.

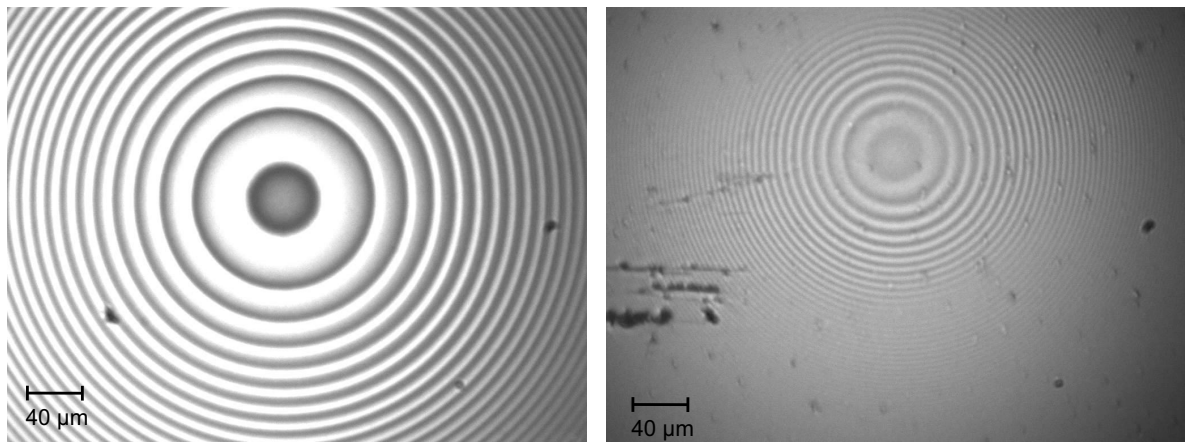


Abbildung 6.6: Newton-Ringe im Kontakt mit Goldelektroden und vergoldeter Linse (links) und reinem Glaszylinder mit Kontamination der Goldelektroden, aber sauberer Kontaktfläche (rechts).

Im linken Teil von Abb. 6.6 werden die Newton-Ringe zwischen einer vergoldeten Glaslinse und den Goldelektroden eines Quarzresonators gezeigt. Im rechten Teil werden die Newton-Ringe zwischen einem rundgeschmolzenen Glaszylinder und der Goldelektrode abgebildet. Da der Glaszylinder nicht mit Metall bedampft ist, hat der optische Resonator eine geringere Güte und die Newton-Ringe haben weniger Kontrast als im linken Teil der Abbildung. Die Goldelektrode des Quarzes ist mit kleinen Partikeln bedeckt. Anhand der optischen Kontrolle ist es trotzdem möglich, für ein Kontaktmechanik-Experiment einen Kontaktbereich zu finden, die frei von solchen Partikeln ist. Die Struktur im linken Teil des Bildes wird durch Kratzer auf dem Glaszylinder verursacht, die aber nicht im Bereich der Kontaktfläche liegen.

7. Obertöne

In diesem Kapitel werden Reibungs- und Kontaktmechanik-Experimente mit verschiedenen Oberflächenkombinationen gezeigt und deren Ergebnisse diskutiert. Die Experimente wurden mit dem Versuchsaufbau aus Kapitel 6 und dem in Kapitel 5 vorgestellten Zeitdomänenverfahren durchgeführt.

7.1 Metall–Metall Kontakt

Abb. 7.1 zeigt die Resonanzparameter beim Annähern einer mit Gold bedampften Siliziumnitridkugel (5 mm Durchmesser) an die Gold-Elektrode eines Schwingquarzes mit 1.4 mm Durchmesser bis in den mechanischen Kontakt. Die vertikale Annäherung, d.h. Verringern des nominellen Abstandes mit dem Piezo-Tisch, erfolgt in der Abbildung von rechts nach links. Der Quarz besitzt eine Fundamentalfrequenz von 4 MHz, wird aber auf dem Oberton bei 12 MHz betrieben. Die Anregungsleistung beträgt -5 dBm. Die Abhängigkeit der Frequenz vom nominellen Abstand folgt dem Punktkontaktmodell (Abschnitt 3.9) und der JKR-Theorie (Abb. 2.2), wird aber zusätzlich von mechanischer Drift (Abschnitt 6.3.2) überlagert. Für die Dämpfung gilt das gleiche. Bei den meisten Experimenten tritt ein zusätzlicher Peak im Bereich des Kontakts auf (Abschnitt 3.9.1), der mit Reibung in Verbindung gebracht wird [Las99, LJ99]. Bezüglich der Resonanzfrequenz und Dämpfung werden bei typischen Messungen die in der Frequenzdomäne durchgeführten Messungen von Laschitsch [Las99, LJ99] reproduziert. In der Zeitdomäne bieten sich zusätzliche Charakterisierungsmöglichkeiten für die Quarzschwingung, die in der Frequenzdomäne nicht verfügbar sind. Die durch eine Fourier-Analyse (FFT mit 4096 Punkten) des mit 500 MHz digitalisierten Zeitsignals in einem Fenster zu Beginn des Abklingens (Abschnitt 5.5) bestimmte 4. Harmonische zeigt im Bereich des Dämpfungspeaks ebenfalls ein Maximum. Die 2. Harmonische hat ein schlechteres

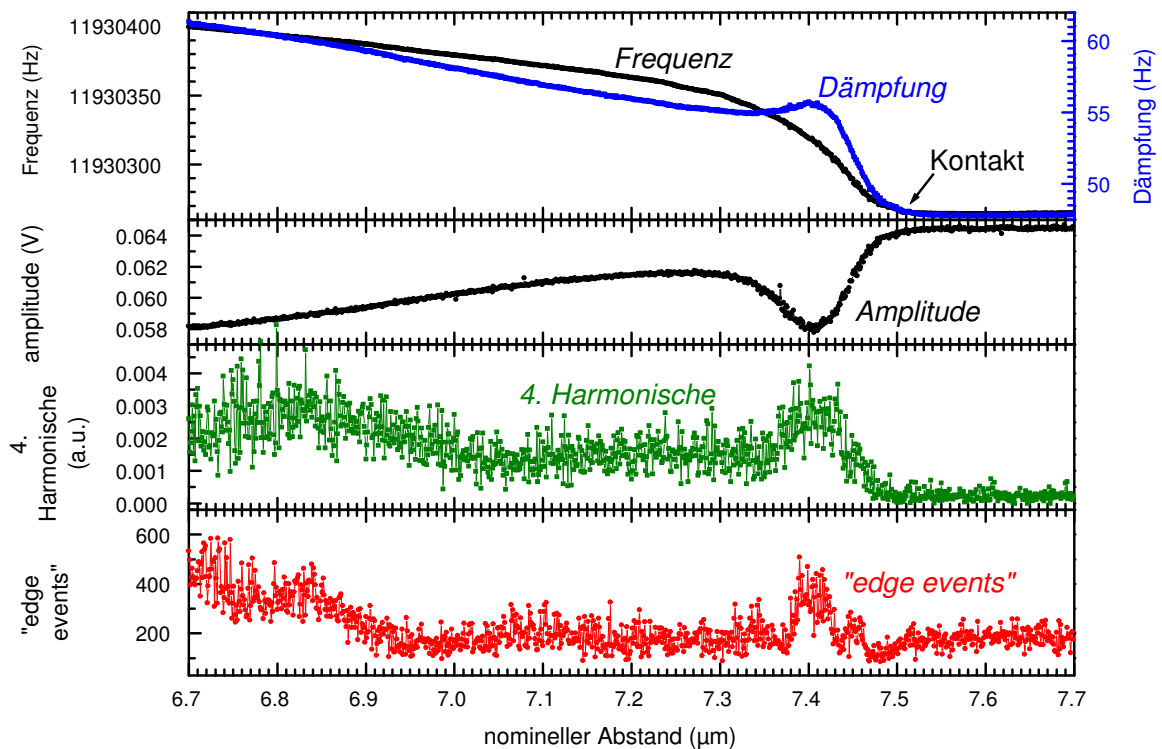


Abbildung 7.1: Kontakt zwischen einer mit Gold bedampften Kugel (5 mm Durchmesser) und den Gold-Elektroden eines Schwingquarzes. Anstiege bei der 4. Harmonischen und den "edge-events" korrelieren mit dem Peak bei der Dämpfung.

Signal-zu-Rausch-Verhältnis und zeigt selten signifikante Variationen. Bei den ungeraden Harmonischen ist in der Regel kein Maximum zu finden. Dies spricht eigentlich gegen Stick–Slip, da Stick–Slip aus Symmetriegründen einen Anstieg bei ungeraden Obertönen hervorrufen sollte. Trotzdem ist ein Anstieg bei den "edge-events" zu beobachten, der mit dem Dämpfungspeak und der 4. Harmonischen korreliert. Gerade Obertöne weisen auf vertikale Kräfte hin. Gerade Obertöne entstehen, wenn sich bei Richtungsumkehr der Geschwindigkeit die Störung nicht im Vorzeichen ändert. Bei einer Normalkraft ist dies der Fall. Eine durch Stick–Slip verursachte Störung der Schwingung würde ihr Vorzeichen bei Inversion der Geschwindigkeit umkehren und so ungerade Obertöne erzeugen.

Bei Experimenten mit Silber–Silber Kontakten und Kupfer–Kupfer Kontakten wurde ein ähnliches Verhalten wie bei den Gold–Gold Kontakten beobachtet.

Anhand der in Abb. 7.1 gezeigten Kurve wird deutlich, daß es bei typischen Kontaktmechanikexperimenten 5 Punkte mit unterschiedlichen Charakteristika gibt: (1) außerhalb

des Kontaktes, (2) gerade am Kontakt, (3) auf dem Dämpfungspeak, (4) hinter dem Dämpfungspeak, (5) tief im Kontakt (vergleiche Abb. 8.4, 8.5, 8.10 und weitere).

7.1.1 Einfluß der Obertonordnung auf den Dämpfungspeak

Während bei dem Oberton bei 12 MHz der Dämpfungspeak sehr ausgeprägt ist, verschwindet er bei höheren Obertönen des Schwingquarzes (Abb. 7.2). Da nach Gleichung

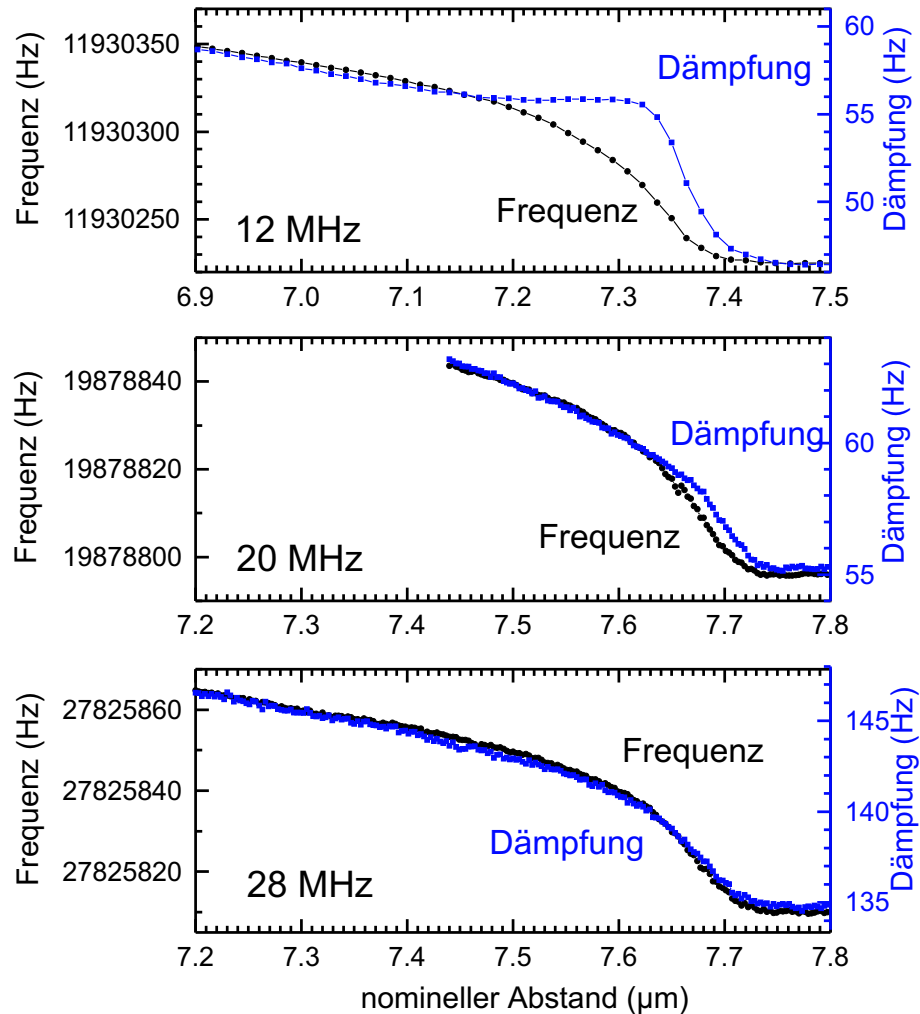


Abbildung 7.2: Während bei dem Oberton bei 12 MHz der Dämpfungspeak klar zu sehen ist, verschwindet er bei höheren Obertönen (20 MHz und 28 MHz)

3.5 die Geschwindigkeit \dot{u}_0 unabhängig von der Obertonordnung n ist, bleiben als determinierende Faktoren die Amplitude und die Frequenz zu diskutieren. Beide Effekte sind denkbar. Die Dissipation kann mit inneren Relaxationszeiten im Bereich der inversen Resonanzfrequenz verbunden sein. Bei Verdreifachung der Frequenz wird die Dissipation

damit erschwert. Es könnte aber auch sein, daß die Dissipation eine kritische minimale Amplitude verlangt. Da die Amplitude mit $1/n$ sinkt, würde auch dieser Effekt das beobachtete Verhalten erklären. Zur weiteren Diskussion siehe Abschnitt 8.3.2.

7.1.2 Hysterese

Bei zyklischen Experimenten, bei denen der Testkörper zuerst bis in den Kontakt hinein angenähert wird, und anschließend wieder aus dem Kontakt entfernt wird, zeigt sich Hysterese (Abb. 7.3) sowohl bei der Position des Kontaktes als auch bei der Höhe des Dämpfungspeaks. Die Hysterese des Kontaktpunktes ist stark von mechanischer Drift

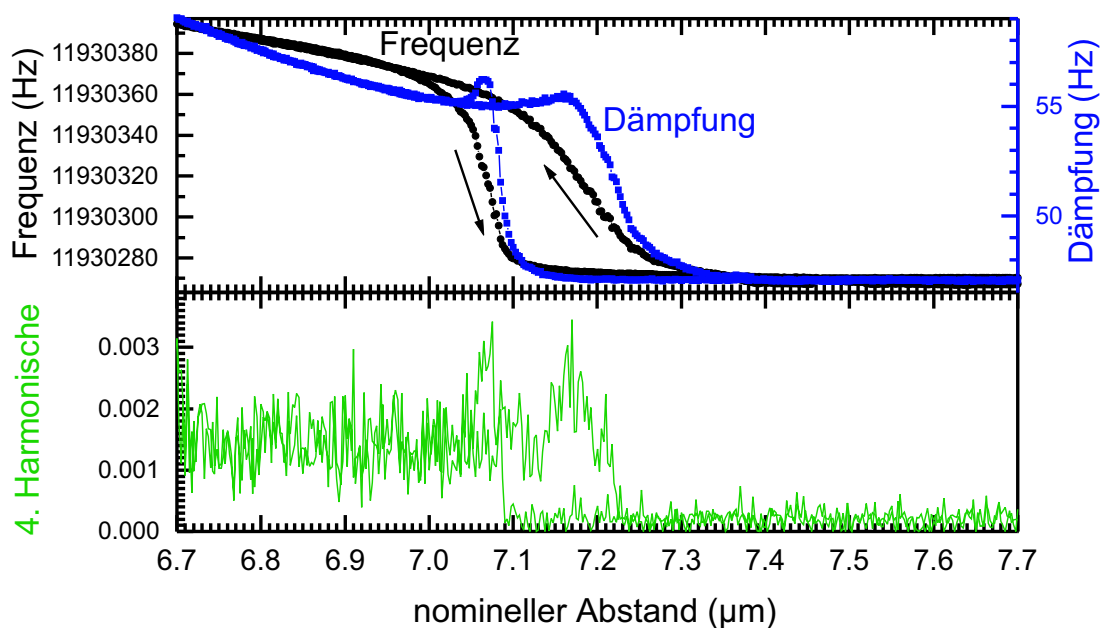


Abbildung 7.3: Hysterese beim Gold-Gold Kontakt: Der Dämpfungspeak ist beim Entfernen aus dem Kontakt schmaler und höher.

(Abschnitt 6.3.2) überlagert von daher nicht bedeutsam. Die Hysterese bei der Höhe des Dämpfungspeaks dagegen ist von Bedeutung. Bei fast allen durchgeführten Experimenten ist der Dämpfungspeak beim Entfernen schmaler und höher als beim Annähern. Ursache für diese Hysterese sind irreversible Prozesse in der Kontaktzone, die sich beim Entfernen anders auswirken als beim Annähern. Wie in Abschnitt 4.3 diskutiert, ist davon auszugehen, daß es sich bei den Reibungsprozessen um Rollreibung, also um das Öffnen und Schließen eines keilförmigen Spaltes vor und hinter der Kugel handelt. Damit wären zyklische Adhäsions- und Separationsprozesse die Quelle der Dissipation. Diesen zyklischen

Prozessen ist der vergleichsweise langsame Ablösungsprozeß bedingt durch die Bewegung des Piezotisches überlagert. Das Maximum bei Ablösung ist bei Kontakten zwischen duktilen Materialien (wie Gold) besonders scharf. Dies läßt vermuten, daß plastische Deformation eine Rolle spielt. Möglicherweise wird die Bewegung der Spaltspitze durch Pinning-Zentren behindert. Die Ausbildung solcher Defektstrukturen könnte während der Kontaktzeit von etwa einer Stunde voranschreiten. Möglicherweise spielt auch die Neigung von Gold, beim Ablösen mikroskopische Brücken zu bilden (vergleiche Abschnitt 2.4) eine Rolle. Die mikroskopische Erklärung bleibt offen.

7.1.3 Normalkraft

Bei Metall–Metall Kontakten steigt die Normalkraft im Kontakt in der Regel linear mit der Verringerung des nominellen Abstandes an (Abb. 7.4) und ist ansonsten strukturlos. Sie spiegelt in keiner Weise die Besonderheiten bei der Resonanzfrequenz und der Dämpfung wieder. Nur bei wenigen Experimenten hat die Normalkraft eine zusätzliche Struktur. Bei besonders sauberen Metall–Metall Kontaktflächen zeigt sich jedoch in einem schmalen Bereich direkt am Kontakt eine negative Normalkraft, die durch Adhäsion (Sprung in Kontakt) hervorgerufen wird. Damit verbunden ist ein besonders steiler An-

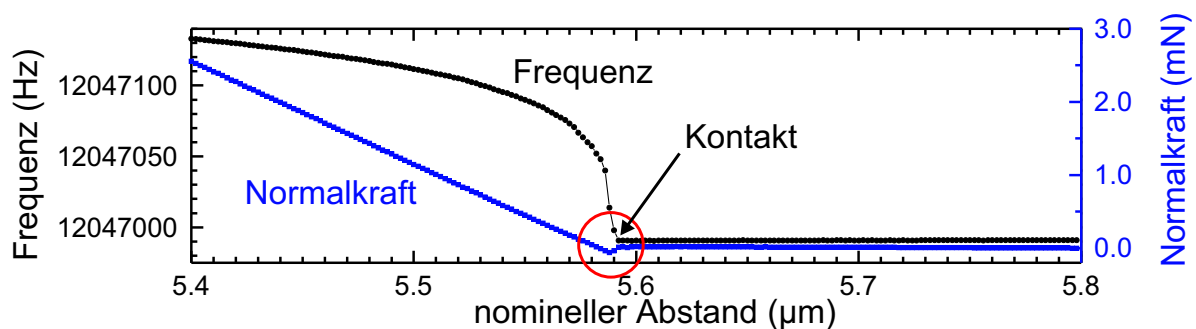


Abbildung 7.4: Gold–Gold Kontakt: Frequenz und Normalkraft mit Adhäsion am Kontakt.

stieg der Resonanzfrequenz. Bei Hysterese-Experimenten verändert sich die Normalkraft sowohl bei Annäherung als auch bei Entfernung aus dem Kontakt linear mit dem nominellen Abstand. Bei Experimenten ohne Drift liegen die Kraft–Abstands-Kurven genau aufeinander.

7.2 Metall–Keramik/Glas Kontakt

Kontakte zwischen Metall-Elektroden und einer unbeschichteten Siliziumnitrid-Kugel oder einem rundgeschmolzenen Glaszylinder (im Mikroskop-Aufbau, Abb. 6.5) sind vergleichbar mit Metall–Metall Kontakten. Man sieht den typischen Anstieg von Frequenz und

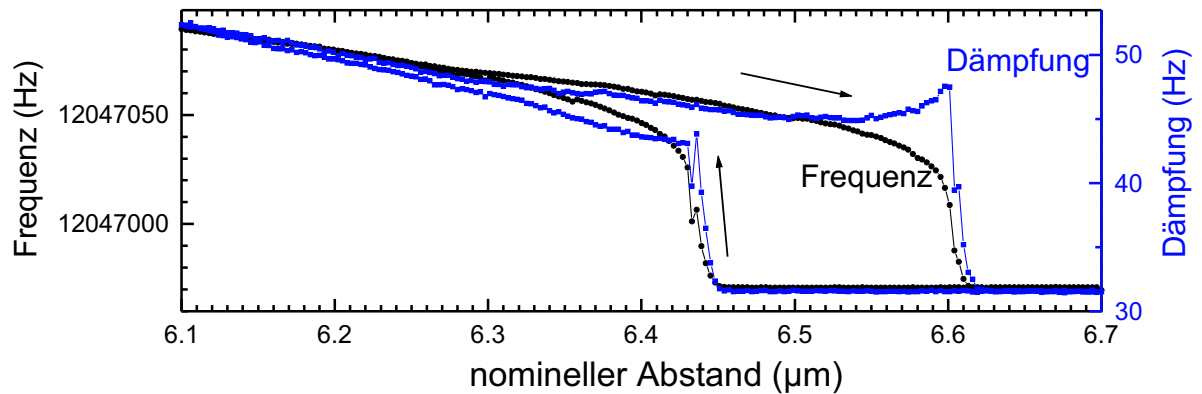


Abbildung 7.5: Kontakt zwischen einem rundgeschmolzenen Glaszylinder (2.5 mm Krümmungsradius) und der Goldelektrode eines Schwingquarzes: Dämpfungspeak und Hysterese

Dämpfung, den Dämpfungspeak (Abb. 7.5, 7.6) und die Hysterese (Abb. 7.5). Die Verwendung des rundgeschmolzenen Glaszylinders ermöglicht die optische Kontrolle der Kontaktfläche (Abb. 7.6). Bei der Annäherungskurve (A) war die Kontaktfläche frei von Kontamination (B) mit mikroskopischen Partikeln. Im Gegensatz dazu wurde die Annäherungskurve (C) bei gezielter Kontamination der Kontaktfläche (D) mit 1.5 μm großen Silikatkugeln (Bangs Laboratories Inc., IN, USA. Präparation durch Spincoating aus wässriger Lösung.) durchgeführt. Der Dämpfungspeak tritt nur auf, wenn die Kontaktfläche frei von Kontamination mit Mikropartikeln ist. Generell kann der Schluß gezogen werden, daß der Dämpfungspeak ein Effekt bei sauberen Kontaktflächen ist und damit auch ein Effekt der Oberflächen beziehungsweise Materialien der in Kontakt gebrachten Körper.

7.3 Keramik–Keramik Kontakt

Ein Keramik–Keramik Kontakt wurde durch den Kontakt einer Siliziumnitridkugel mit der blanken Quarzoberfläche realisiert. Dazu wurde in der oberen Elektrode des Schwingquarzes ein zentrales Loch mit 1 mm Durchmesser beim Aufdampfen der Goldelektro-

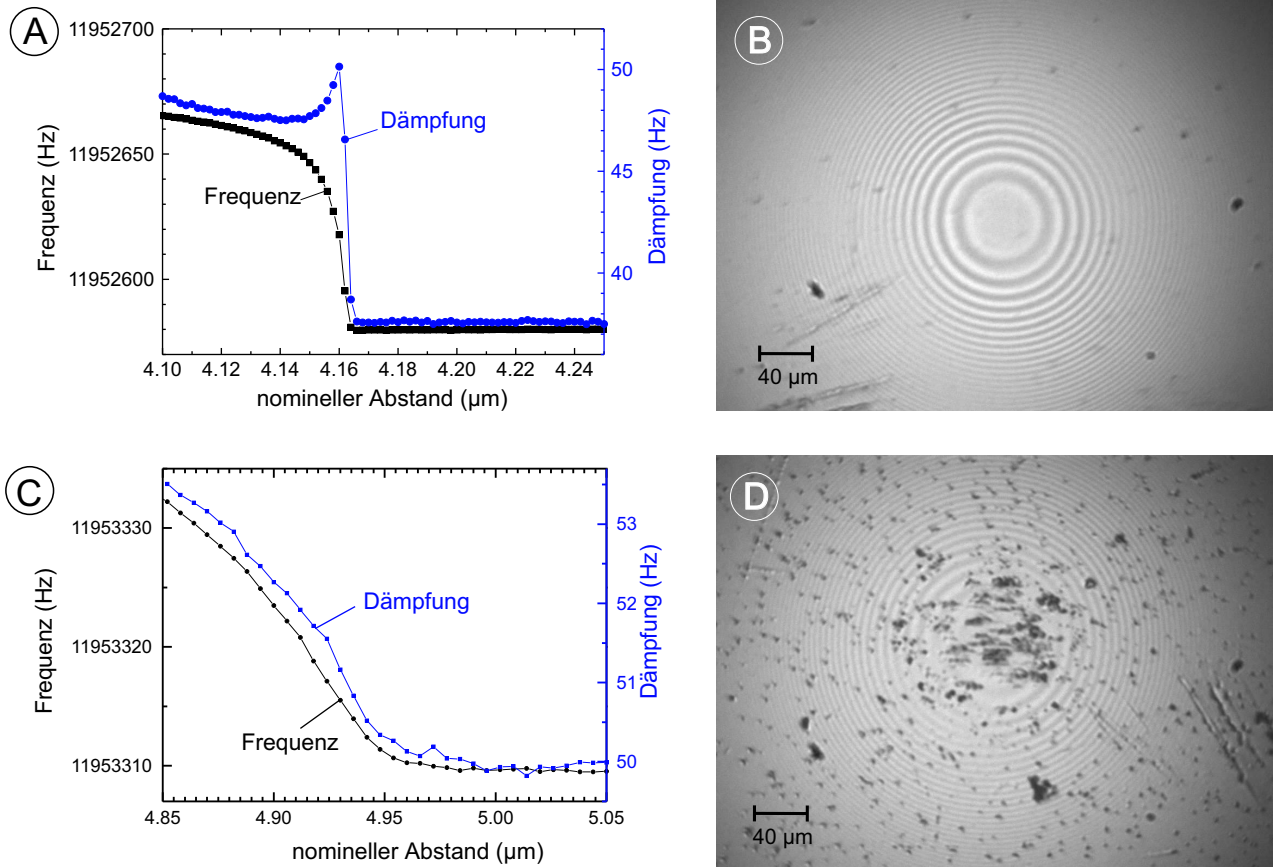


Abbildung 7.6: Annäherungskurve (A) und Mikroskopie-Bild mit Interferenzringen (B) beim Kontakt zwischen einem rundgeschmolzenen Glaszylinder (2.5 mm Krümmungsradius) und der Goldelektrode eines Schwingquarzes. Die Kontaktfläche in der Mitte der Interferenzringe ist frei von sichtbarer Kontamination. Zum Vergleich eine Annäherungskurve (C) mit Kontamination der Kontaktfläche durch Silikat-Mikropartikel mit 1.5 μm Durchmesser (D).

den durch Abdecken mit einer entsprechenden Maske ausgespart. Im Kontakt steigen Frequenz und Dämpfung an und zeigen dabei fast die gleiche Abhängigkeit vom nominalen Abstand. Die Dämpfung zeigt im Gegensatz zu Metall-Substraten keinen Peak. Auch eine feinere Unterteilung des Kontaktbereiches mit mehr Datenpunkten zeigte keinen Dämpfungspeak. Es gibt auch keine Peaks oder Strukturen bei den Obertönen oder "edge-events". Die Normalkraft steigt ab dem Kontakt linear mit der Annäherung an. Das Fehlen des Dämpfungspeaks bei dieser Kombination von sehr harten und spröden Oberflächen deutet darauf hin, daß es sich bei dem Dämpfungspeak bei den metallischen Kontakten um ein Phänomen handelt, das im Zusammenhang mit plastischer Deformation steht.

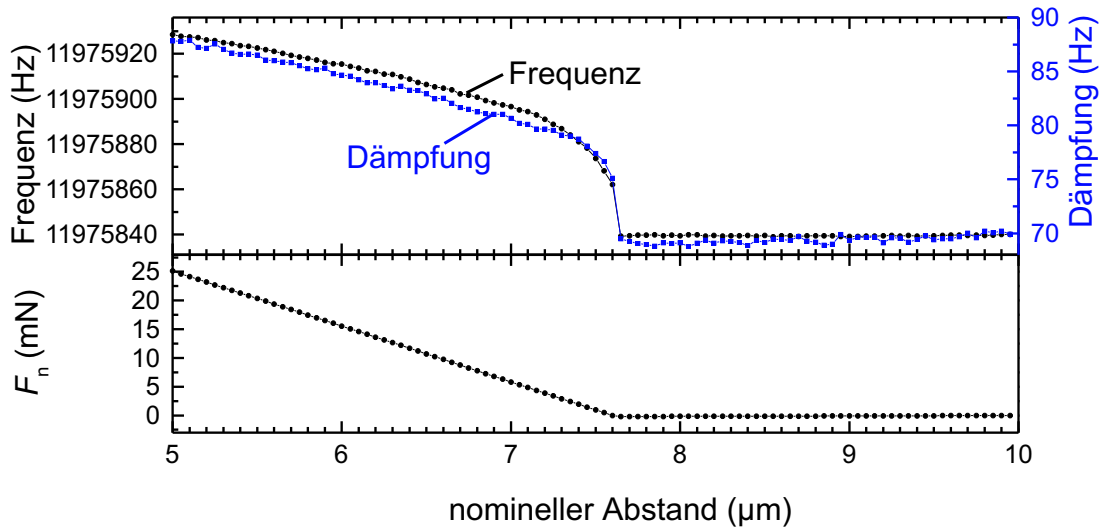


Abbildung 7.7: Kontakt einer Siliziumnitrid-Kugel mit dem blanken Quarz

7.4 Glimmer–Gold Kontakt

Für Reibungs- und Kontaktmechanik Experimente sind atomar glatte Substrate von besonderem Interesse. Analog zu den Experimenten im Surface Forces Apparatus in Kapitel 4 wurden Schwingquarze nach der dort beschriebenen Methode mit Glimmer beklebt. Die Schwingquarze, die bei den vorherigen Messungen auf dem Oberton bei 12 MHz betrieben wurden, zeigten nach der Beklebung mit Glimmer nur noch am Grundton (4 MHz) eine Resonanz hoher Güte. Dies schränkt die Vergleichbarkeit der Messungen mit und ohne Glimmer leider ein.

Beim Kontakt einer mit Gold bedampften Siliziumnitrid-Kugel mit einem mit Glimmer beklebten Schwingquarz zeigt sich der typischen Anstieg von Frequenz und Dämpfung. Beim Annähern zeigen Frequenz und Dämpfung annähernd dieselbe Abhängigkeit vom Abstand und es ist kein Dämpfungspeak zu sehen. Am Kontakt wird die Normalkraft leicht negativ, was ein Indiz für einen Sprung in Kontakt mit der frisch präparierten Glimmeroberfläche ist. Beim Entfernen zeigt die Normalkraft Plateaus, die mit Strukturen bei Frequenz und Dämpfung korrespondieren. Vor dem eigentlichen Sprung aus dem Kontakt wird die Normalkraft stark negativ, die Frequenz hat eine Schulter und die Dämpfung bleibt solange konstant, bis der Sprung aus dem Kontakt erfolgt. Das Ver-

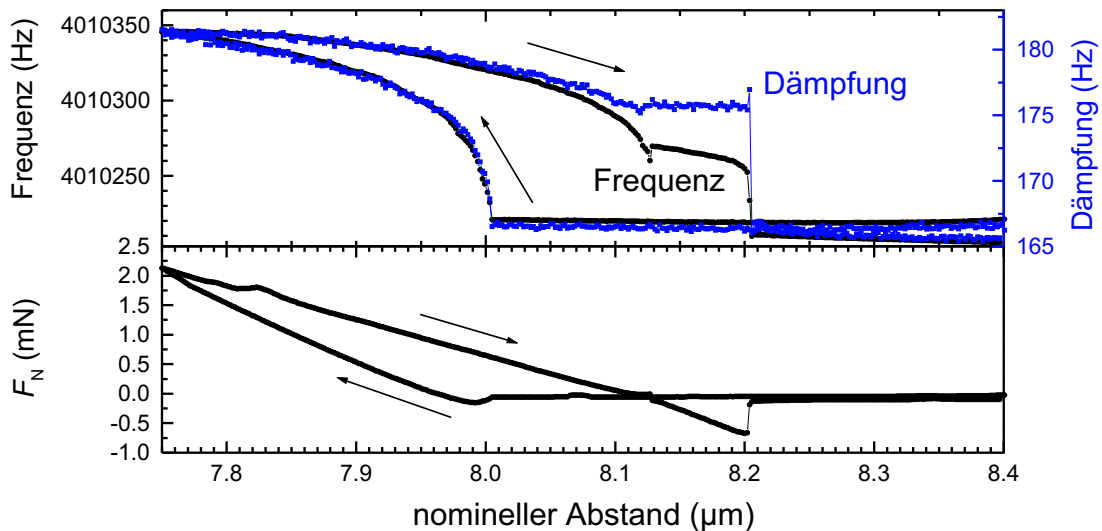


Abbildung 7.8: Glimmer-Gold Kontakt: Kein Dämpfungspeak, aber Adhäsion beim Entfernen

halten bei der Separation kann durch Adhäsion erklärt werden. Allerdings unterscheidet es sich deutlich von der Separation bei Metall-Metall Kontakten (Abb. 7.3). Es gibt keine zusätzliche Dissipation in Form eines Dämpfungspeaks. Während im Gold-Gold Kontakt die Oberflächen sich fest miteinander verbinden und bei der Separation erst wieder getrennt werden müssen, was mit zusätzlicher Dissipation für die Quarzszillation verbunden ist, haften im Fall des Gold-Glimmer Kontaktes die Oberflächen nur durch Oberflächenkräfte aufeinander und springen bei einer bestimmten Zugspannung spontan außer Kontakt. Offenbar sind hier im Kontakt andere mikroskopische Prozesse maßgeblich als beim beidseitigen Gold-Kontakt und auch beim Gold-Glas Kontakt. Dabei spielt offenbar die atomar glatte Glimmer-Oberfläche eine wesentliche Rolle. Das Gold kann die Glimmer-Oberfläche zwar benetzen, allerdings wird die Bewegung in anderer Weise beeinflusst als durch Glas-Oberflächen. Das Fehlen des Dämpfungspeaks legt den Verdacht nahe, daß es sich hier weniger um plastische Deformation sondern vielmehr um ein Adhäsionsphänomen handelt (vergleiche Diskussion in Abschnitt 4.3).

7.5 Polymer-Keramik Kontakt

Bisher wurden nur Kontakte zwischen relativ harten Materialien gezeigt. Um auch Kontakte mit weichen Materialien zu untersuchen, wurde eine Siliziumnitrid-Kugel an einen mit Polystyrol beschichteten Schwingquarz angenähert (Abb. 7.9). Das Polystyrol

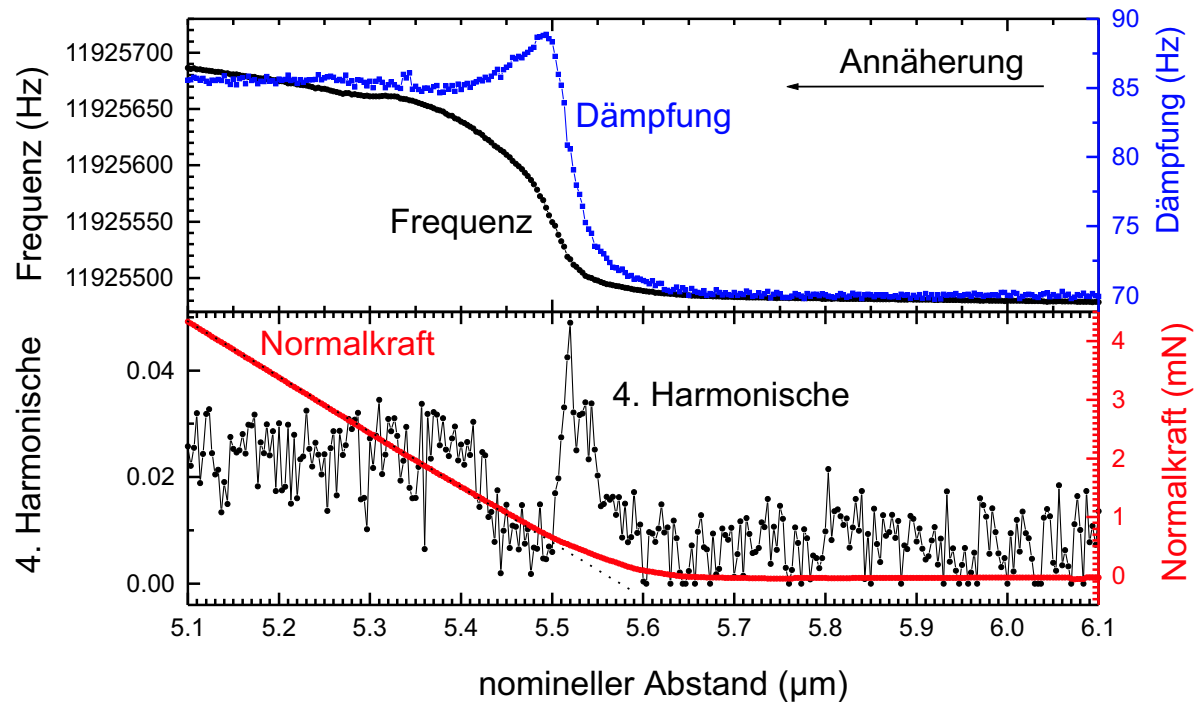


Abbildung 7.9: Kontakt zwischen einer Siliziumnitrid-Kugel und einem 55 nm dicken Polystyrol-Film auf der Goldelektrode eines Schwingquarzes

($M_W = 8150$ g/mol, $M_N/M_N = 1.05$) wurde in Form eines 55 nm dicken Filmes durch Spincoating mit 2%iger Lösung in Toluol auf die Golelektrode eines Schwingquarzes aufgebracht und anschließend 12 Stunden lang unter Vakuum bei 100°C ausgeheizt [Ext94]. Durch den Polystyrol-Film erhöht sich die Dämpfung des Quarzes von $\Gamma \approx 40$ Hz ohne Film auf $\Gamma \approx 70$ Hz mit Film. Am Kontakt beginnen Resonanzfrequenz und Dämpfung zu steigen. Die Dämpfung zeigt einen Peak, mit dem auch ein Anstieg der Amplitude der 4. Harmonischen korreliert. Die Normalkraft steigt am Kontakt zunächst nicht linear an, sondern verhält sich im Bereich des Dämpfungspeaks parabolisch. Tiefer im Kontakt ist der Anstieg linear mit der Änderung des nominellen Abstandes. Dies und die Nichtlinearitäten lassen auf eine viskoelastische Deformation des Polymerfilms schließen. Durch den Anstieg der Frequenz im Kontakt bestätigt sich die Gültigkeit des elastischen Punktkontakt-Modells für den Polystyrol-Film.

7.6 Gold–Silikon Kontakt

Um Kontakte mit noch weicheren Materialien zu untersuchen, wurde ein ausgehärteter Tropfen Silikonklebstoff (Baysilon-Paste, hochviskos, Bayer) mit etwa 1 mm Durchmesser an die Goldelektrode eines Schwingquarzes angenähert. So wurde eine Präparation eines viskosen Filmes auf dem Schwingquarz umgangen. Durch solch einen Film wäre die Dämpfung des Quarzresonators stark angestiegen. In der Nähe des Kontaktpunktes

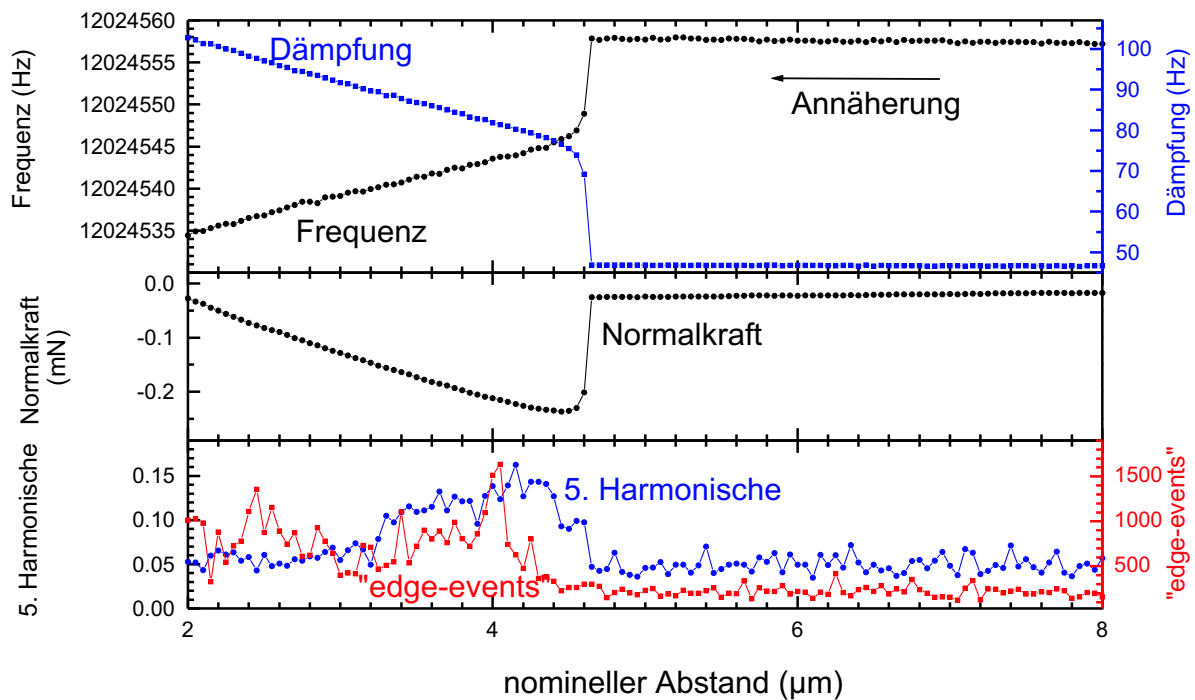


Abbildung 7.10: Kontakt zwischen einem kleinen Silikon-Tropfen (auf einer Siliziumnitrid-Kugel) und der Goldelektrode eines Schwingquarzes

kommt es zu einem spontanen Sprung in Kontakt (Abb. 7.10). Die Normalkraft wird am Kontaktpunkt abrupt negativ, und sowohl Frequenz als auch Dämpfung zeigen steile Flanken. Die Resonanzfrequenz steigt aber nicht an, sondern fällt ab. Dieses Verhalten wurde auch schon von [FDS00] bei Kontaktmechanik-Experimenten mit Schwingquarzen und einer elastomeren Hemisphäre beobachtet.

Das Absinken der Resonanzfrequenz im Kontakt kann dadurch erklärt werden, daß es sich nicht mehr um einen Punktkontakt handelt. Durch den spontanen Sprung in Kontakt und den weichen Silikonklebstoff bildet sich eine große Kontaktfläche aus und der Kontaktradius wird größer als die akustische Wellenlänge. Damit ist das Schallfeld nicht

mehr sphärisch, sondern es werden äquivalent zur Situation bei Adsorptionsexperimenten *ebene* Wellenfronten in den Silikonklebstoff emittiert, wodurch die Resonanzfrequenz sinkt (Abschnitt 3.9).

7.7 Selbst-assemblierte Thiol-Monolage

In Abschnitt 7.2 wurde die Auswirkung von Kontamination der Kontaktfläche mit Mikropartikeln untersucht. Eine weitere mögliche Art von Kontamination, die durch das eingebaute Mikroskop nicht beobachtet werden kann, sind dünne organische Filme im Bereich von Monolagen oder Sub-Monolagen. Solche Filme können beispielsweise durch Kontamination in der Laborluft oder durch von Menschen durch Atmung und Haut ausgeschiedene Kohlenwasserstoffe entstehen. Um zu untersuchen, welche Auswirkungen solche organischen Monolagen auf die Reibungsexperimente haben, wurde eine Thiol-Monolage durch Selbst-Assemblierung (SAM) auf die Gold-Elektrode eines Schwingquarzes aufgebracht. Als Thiol wurde 16-Thiol-Hexadecansäure verwendet (Abb. 7.11 links). Zur

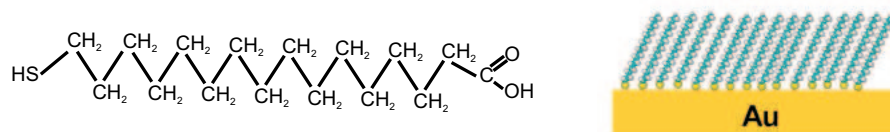


Abbildung 7.11: Thiol-Molekül (16-Thiol-Hexadecansäure, links) und Anordnung auf einer Goldoberfläche durch Selbstassemblierung (SAM, rechts).

Selbst-Assemblierung wurde ein Schwingquarz mit Goldelektroden für 12 Stunden in eine millimolare Lösung der 16-Thiol-Hexadecansäure in Ethanol eingetaucht. Anschließend wurde der Schwingquarz mit reichlich Ethanol abgespült und mit Stickstoff getrocknet. Thiole dieser Länge bilden geordnete Filme mit einer Dicke von wenigen nm, bei denen jeweils die Thiol-Gruppe kovalent an das Goldsubstrat bindet und die Alkyl-Kette mit dem Säure-Rest von der Oberfläche wegragt. Thiole werden in [JK99] aufgrund ihrer tribologischen Eigenschaften als Modell für molekulare Monolagen-Schmiermittel bezeichnet. Abb. 7.12 zeigt eine typische Messung beim Annähern einer mit Gold bedampften Siliziumnitrid-Kugel an einen Quarz mit einer Thiol-Monolage. Der Dämpfungspeak ist nicht mehr als separater Peak zu erkennen, sondern nur noch als Schulter. Er ist wesentlich schwächer als bei den Messungen ohne die Thiol-Monolage (Abb. 7.1). Auch

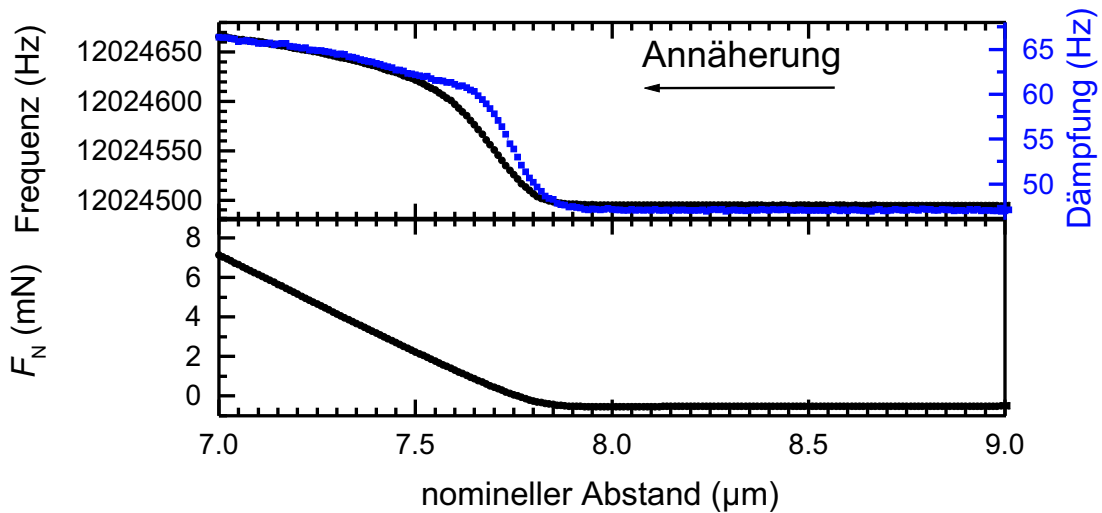


Abbildung 7.12: Auswirkungen einer selbst-assemblierten Thiol-Monolage: Der Dämpfungspeak wird kleiner.

mehrfache Kontaktzyklen hatte keine Veränderungen zur Folge. Das kann daran liegen, daß Thiole zwar kovalent an das Goldsubstrat anbinden, aber trotzdem lateral sehr beweglich bleiben und damit eine sehr hohe Selbstheilungsrate haben. Man kann sie also durch wiederholtes Reiben nicht aus dem Kontakt entfernen.

7.8 Reproduzierbarkeit

Insgesamt wurden mehr als 300 einzelne Experimente mit über 30 verschiedenen Schwingquarzen durchgeführt. Schon allein mit der Oberflächenkombination Gold–Gold sind es über 100 einzelne Experimente mit mehr als 10 unterschiedlichen Schwingquarzen. Sofern nicht ausdrücklich angegeben handelt es sich bei den gezeigten Experimenten immer um repräsentative Ergebnisse von mindestens 5 einzelnen Experimenten.

Der Kontaktpunkt ist wegen der Drift auch bei direkt aufeinanderfolgenden Messungen (30 Minuten Zeitdifferenz) meistens nicht genau reproduzierbar. Er driftet zyklisch im Tagesrhythmus über einen Bereich von etwa $1\mu\text{m}$ (Abschnitt 6.3.2). Diese Drift ist auch bei den in Abb. 7.13 gezeigten aufeinanderfolgenden Kontakt-Zyklen sichtbar. Daher wird in den gezeigten Abbildungen auch immer nur der nominelle Abstand und kein absoluter Abstand aufgetragen. Die einzelnen Charakteristika wie beispielsweise der Dämpfungspeak bei Metall–Metall Kontakten oder der höhere Dämpfungspeak bei der Separation

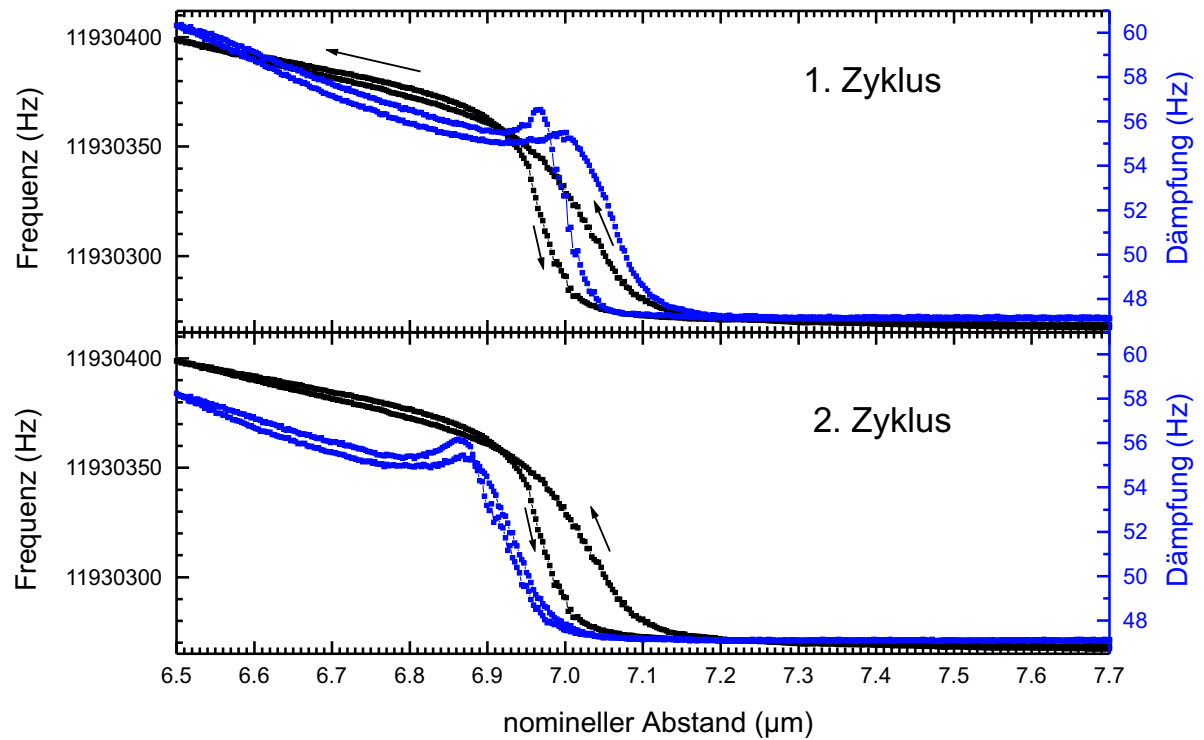


Abbildung 7.13: Reproduzierbarkeit aufeinanderfolgender Messungen (Gold–Gold Kontakt)

sind dagegen gut reproduzierbar (Abb. 7.13).

Die Experimente wurde meist in Luft durchgeführt. Einzelne Versuche in Stickstoff oder in mit Phosphorpentoxid getrocknete Luft führten zu ähnlichen Ergebnissen.

8. Chirp und nichtlineare Abklingrate

Tritt eine Oberfläche mit einem frei schwingenden Quarz in Kontakt, so kommt es zu Wechselwirkungen zwischen den beiden Oberflächen. Abhängig von der Art und Beschaffenheit der Oberflächen (Beschichtungen, Elektroden, Funktionalisierungen, Rauigkeit) und dem umgebenden Medium beinhaltet dies beispielsweise Adhäsion, Reibung, elastische und plastische Deformation. Wechselwirkungen und Kräfte lassen sich meistens nur indirekt messen. Bei beiden Konzepten, Kräfte entweder durch Kompensation oder durch Beobachtung einer Trajektorie zu erschließen, kann man historisch mit den Namen Leonardo da Vinci einerseits und Newton andererseits in Verbindung bringen. Im folgenden Kapitel wird der Newton'sche Ansatz benutzt, um die lateralen Kräfte bei den Kontaktmechanik-Experimenten aus Kapitel 7 zu bestimmen. Diese durch den Kontakt bedingten lateralen Kräfte beeinflussen beim abklingenden Quarz sowohl die Form der einzelnen Schwingung als auch das Abklingverhalten der Einhüllenden. Sie können in nichtlinearer Weise von Amplitude und Geschwindigkeit abhängen. Es wird ein Verfahren vorgestellt, das, basierend auf Störungsrechnung die lateralen Wechselwirkungspotentiale explizit bestimmen kann.

8.1 Amplitudenabhängigkeit von Frequenz und Dämpfung

Eine Unterteilung der Abklingkurve in 10 Segmente (Abb. 8.1 links) und ein separater Fit der Frequenz in jedem Segment zeigt, daß die Resonanzfrequenz im Kontakt über den jeweiligen Abfall variiert (Abb. 8.1 rechts). Bedingt durch den mechanischen Kontakt wird die Resonanzfrequenz von der Schwingungsamplitude abhängig. Vergleicht man die Segmente untereinander, so ist diese Abhängigkeit bei dem ersten Segment mit der größten Amplitude am stärksten. Weiterhin zeigt sich bei allen Segmenten die stärkste Abhängigkeit, wenn die beiden Oberflächen gerade in Kontakt getreten sind. Übersichtlicher als

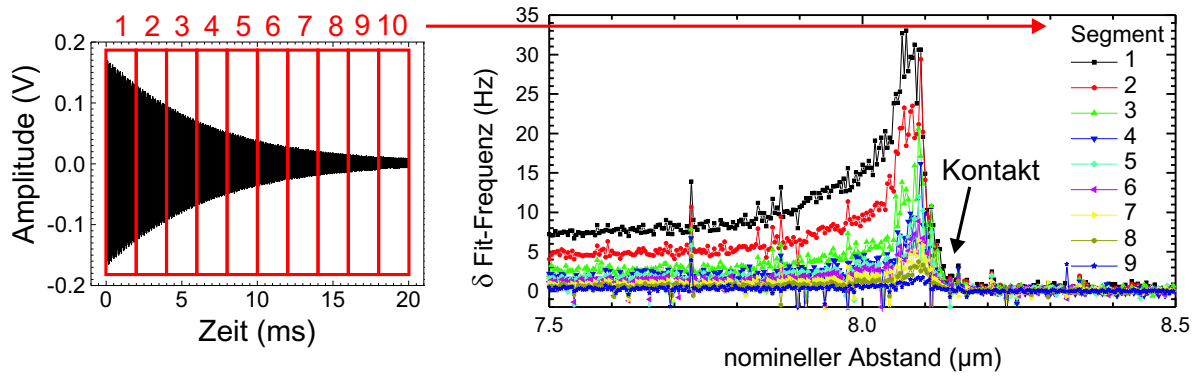


Abbildung 8.1: Unterteilung der Abklingkurve bei einem Gold–Gold Kontakt in Segmente (links) und Variation der Frequenz (rechts). Die Variation Resonanzfrequenz (δ Fit-Frequenz) der Segmente 1–9 wird hier bezüglich dem 10. Segment gerechnet, das mit seiner kleinen Schwingungsamplitude die geringste Amplitudenabhängigkeit hat.

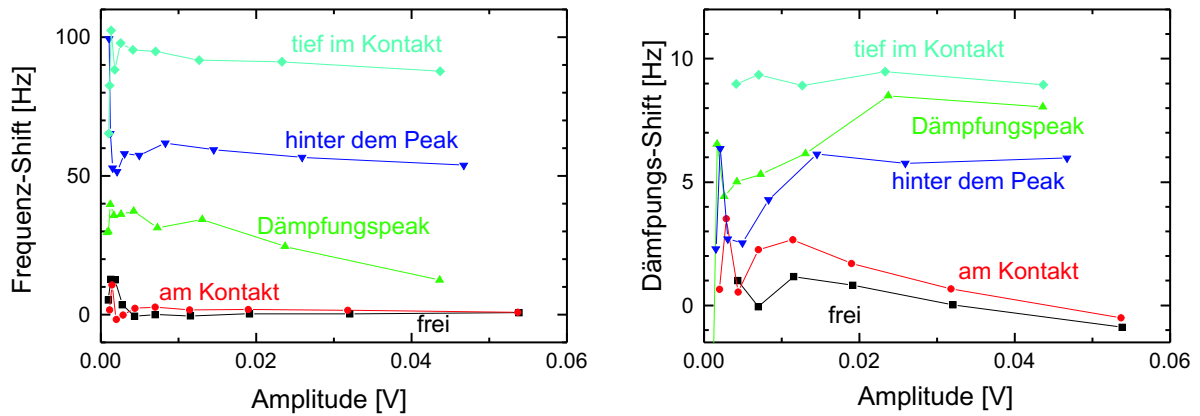


Abbildung 8.2: Variation von Frequenz und Dämpfung als Funktion der Amplitude

Abb. 8.1 ist die folgende Darstellung: An einigen charakteristischen Punkten (außerhalb des Kontaktes = frei, gerade im Kontakt, auf dem Dämpfungspeak, hinter dem Peak und tief im Kontakt) auf der Meßkurve (Abb. 7.1) werden Frequenzverschiebung und Dämpfungsänderung (bezogen auf frei-schwingenden Zustand außerhalb des Kontaktes) als Funktion der Schwingungsamplitude aufgetragen (Abb. 8.2). Außerhalb des Kontaktes sind Frequenz und Dämpfung weitgehend konstant. Auf dem Dämpfungspeak sinkt die Frequenz mit der Amplitude und die Dämpfung steigt mit der Amplitude an. Diese Amplitudenabhängigkeit wird in dem Maße schwächer, wie der Kontakt fester wird.

8.2 Störungsrechnung

Die Amplitudenabhängigkeit von Frequenz und Dämpfung ist ein klares Anzeichen für Nichtlinearitäten. In diesem Abschnitt wird beschrieben, wie sich aus den gemessenen amplitudenabhängigen Frequenz- und Dämpfungsänderungen mittels Störungsrechnung eine nichtlineare Feder- und Dämpfungskonstante in der Bewegungsgleichung berechnen lässt. Die Vorgehensweise basiert auf der Beschreibung schwach-nichtlinearer Oszillatoren in Kapitel 7.6 (Weakly Nonlinear Oscillators) in [Str96].

8.2.1 Bewegungsgleichung

Wir beginnen mit einem Ansatz für die Bewegungsgleichung der Scheramplitude an der Quarzoberfläche $x(t)$

$$m\ddot{x} + (\xi_0 + \xi_1(\dot{x})) \cdot \dot{x} + (\kappa_0 + \kappa_1(x)) \cdot x = 0 \quad (8.1)$$

$m = A_{el}Z_q/(4f_0)$ ist die schwingende Masse (Abschnitt 3.6). ξ_0 ist die lineare Dämpfung. Sie geht auf die innere Reibung des Quarzes zurück. κ_0 ist die lineare Federkonstante des Quarzes. Wir definieren ξ_0 und κ_0 gemäß den Gleichungen $\xi_0 = 4\pi m\Gamma$ und $\kappa_0 = m\omega_0^2$. $\xi_1(\dot{x})$ und $\kappa_1(x)$ sind die durch den Kontakt bedingte "nichtlineare" Reibungs- und Federkonstante. Gleichung 8.1 ist nicht der allgemeinste denkbare Ansatz, weil ξ_1 nur von \dot{x} und κ_1 nur von x abhängt. Gemischte Terme in \dot{x} und x werden hier ausgeschlossen. Ziel ist es, $\xi_1(\dot{x})$ und $\kappa_1(x)$ explizit von den gemessenen Größen $\Gamma(A)$ und $\delta f(A)$ zu berechnen. Als erster Schritt wird die dimensionslose Zeit $\theta = \omega_0 \cdot t = \sqrt{\kappa_0/m} \cdot t$ definiert. Für die Störungsrechnung wird der dimensionslose Störungsparameter $\epsilon = \gamma_0/\omega_0$ eingeführt. ϵ ist eine kleine Zahl, da die Dämpfung der ungestörten Resonanz Γ_0 immer sehr viel kleiner als die (ungestörte) Resonanzfrequenz ω_0 ist. Damit läßt sich Gleichung 8.1 in

$$\frac{d^2}{d\theta^2}x + x + \epsilon \cdot h(x, dx/d\theta) = 0 \quad (8.2)$$

umschreiben, mit einer Funktion h , die sich aus Gleichung 8.1 zu

$$\epsilon \cdot h(x, dx/d\theta) = \frac{1}{\omega_0^2 m} \left((\xi_0 + \xi_1) \omega_0 \frac{dx}{d\theta} + \kappa_1(x)x \right) = \frac{\gamma_0}{\omega_0} \left(\left(1 + \frac{\gamma_1}{\gamma_0}\right) \frac{dx}{d\theta} + \frac{\omega_1^2}{\gamma_0 \omega_0} x \right) \quad (8.3)$$

ergibt mit $\gamma_0 = \xi_0/m = 4\pi\Gamma_0$ und $\gamma_1 = \xi_1/m$ (Dimension einer Frequenz). Die nichtlineare Frequenzverschiebung $\omega_1 = 2\pi\delta f_1$ wird durch $\omega_1 = \sqrt{\kappa_1/m}$ definiert.

8.2.2 "two-timing"-Approximation

Da bei der abklingenden Quarz-Schwingung bedingt durch die schwache Dämpfung eine *schnell*-oszillierende Schwingung auf einer wesentlich längeren Zeitskala *langsam* abfällt, sind die Konzepte der schwach-nichtlinearen Oszillatoren anwendbar [Str96]. Während eine normale Störungsrechnung aufgrund sekularer Terme versagen kann (resonante Quellterme führen zur Divergenzen in der Lösung 1. Ordnung der Störungsrechnung [Str96]), wird hier der Ansatz der "two-timing" Approximation verfolgt. Wir definieren eine zweite, *langsame* Zeitskala $T = \epsilon\theta = \gamma_0/\omega_0\theta$. Nun wird Gleichung 8.2 mit $x = x_0 + \epsilon x_1 + O(\epsilon^2)$ in den Ordnungen von ϵ gelöst:

$$O(1) : \quad \frac{d^2 x_0}{d\theta^2} + x_0 = 0 \quad (8.4)$$

$$O(\epsilon) : \quad \frac{d^2 x_1}{d\theta^2} + x_1 = -2 \frac{d}{d\theta} \frac{d}{dT} x_0 - h(x_0, dx_0/d\theta) \quad (8.5)$$

Die Lösung für die Ordnung $O(1)$ ist

$$x_0(\theta) = A(T) \cos(\theta + \Phi(T)) \quad (8.6)$$

$A(T)$ und $\Phi(T)$ sind die *langsam* variierende Amplitude und Phase.

Die Faktoren $A(T)$ und $\Phi(T)$ sind charakteristisch für die "two-timing" Approximation. Es handelt sich *nicht* um eine gewöhnliche Störungsrechnung. $A(T)$ und $\Phi(T)$ werden dadurch *bestimmt*, daß die Lösung zweiter Ordnung klein bleibt und insbesondere keine trigonometrischen Terme in θ enthält. Die amplitudenabhängige Halbwertsbreite (HBHW), $\Gamma(A)$, ist

$$\Gamma(A) = \frac{1}{2\pi\tau(A)} = \frac{1}{2\pi A} \frac{dA}{dt} = \frac{1}{2\pi A} \frac{dA}{dT} \frac{dT}{dt} = \frac{\gamma_0}{2\pi A} \frac{dA}{dT} \quad (8.7)$$

und die Frequenzverschiebung $\delta f(A)$ ist

$$\delta f(A) = \frac{1}{2\pi} \frac{d\Phi}{dt} = \frac{1}{2\pi} \frac{d\Phi}{dT} \frac{dT}{dt} = \frac{\gamma_0}{2\pi} \frac{d\Phi}{dT} \quad (8.8)$$

8.2.3 Gemittelte Gleichungen

Unter Benutzung von Gleichung 8.6 und $\sigma := \theta + \Phi(T)$ werden die Substitutionen

$$x_0 = A \cos(\theta + \Phi) = A \cos(\sigma) \quad \frac{dx_0}{d\theta} = -A \sin(\theta + \Phi) = -A \sin(\sigma) \quad (8.9)$$

durchgeführt. Damit wird $h = h(A(T) \cos(\sigma), -A(T) \sin(\sigma))$ und Gleichung 8.5 zu

$$\frac{d^2 x_1}{d\theta^2} + x_1 = 2 \left[\frac{dA}{dT} \sin(\sigma) + A \frac{d\Phi}{dT} \cos(\sigma) \right] - h(\sigma) \quad (8.10)$$

$h(\sigma)$ läßt sich in eine Fourier-Reihe entwickeln

$$h(\sigma) = \sum_{k=0}^{\infty} a_k \cos(k\sigma) + \sum_{k=1}^{\infty} b_k \sin(k\sigma) \quad (8.11)$$

mit den Fourier-Koeffizienten

$$\begin{aligned} a_0 &= \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} h(\sigma) d\sigma \\ a_k &= \frac{1}{\pi} \int_0^{2\pi} h(\sigma) \cos(k\sigma) d\sigma \quad k \geq 1 \\ b_k &= \frac{1}{\pi} \int_0^{2\pi} h(\sigma) \sin(k\sigma) d\sigma \quad k \geq 1 \end{aligned} \quad (8.12)$$

Damit wird die rechte Seite von Gleichung 8.10 beziehungsweise 8.5 zu

$$2 \left[\frac{dA}{dT} \sin(\sigma) + A \frac{d\Phi}{dT} \cos(\sigma) \right] - \sum_{k=0}^{\infty} a_k \cos(k\sigma) - \sum_{k=1}^{\infty} b_k \sin(k\sigma) \quad (8.13)$$

Resonante Terme entstehen, wenn bei der Störungsrechnung der Quellterm (rechten Seite von Gleichung 8.10) harmonische Funktionen mit gleicher Frequenz und nichtverschwindenden Vorfaktoren besitzt. Diese Terme führen bei regulärer Störungsrechnung zu *sekularen Termen* und zu einer Divergenz der Lösung x_1 . Im Rahmen der "two-timing"-Approximation wird nun gefordert, daß zur Vermeidung der sekularen Terme die Vorfaktoren trigonometrischer Terme gleicher Frequenz verschwinden müssen. Zur mathematischen Begründung dieses Vorgehens sei auf die Literatur [Str96] verweisen. Der Ausdruck 8.13 ist dieser Quellterm für Störungsrechnung zur ersten Ordnung in ε (Gleichung 8.5). Die einzigen *resonanten* Terme in dem Ausdruck 8.13 sind $[2dA/dT - b_1] \sin(\sigma)$ und $[2Ad\Phi/dT - a_1] \cos(\sigma)$. Es folgt:

$$[2dA/dT - b_1] \sin(\sigma) = 0 \Leftrightarrow \frac{dA}{dT} = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} h(\sigma) \sin(\sigma) d\sigma = \langle h \cdot \sin(\sigma) \rangle \quad (8.14)$$

$$[2Ad\Phi/dT - a_1] \cos(\sigma) = 0 \Leftrightarrow A \frac{d\Phi}{dT} = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} h(\sigma) \cos(\sigma) d\sigma = \langle h \cdot \cos(\sigma) \rangle \quad (8.15)$$

wobei $\langle \cdot \rangle$ die zeitliche Mittelung über eine Schwingung ist. Mit der Definition von h aus Gleichung 8.3 ergibt sich aus Gleichung 8.14

$$\frac{dA}{dT} = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} d\theta \left\{ -A \left(1 + \frac{\gamma_1}{\gamma_0} \right) \sin^2(\theta) \right\} \quad (8.16)$$

Geht man unter Benutzung von $dT = (\gamma_0/\omega_0)dt$ und $d\theta = \omega_0 dt$ zur ursprünglichen Zeitachse zurück, so erhält man mit der Periodendauer T_p einer Oszillation:

$$\frac{dA}{dt} = -\frac{\gamma_0 A}{2} - \frac{\omega_0 A}{2\pi} \int_0^{T_p} dt \left\{ \gamma_1 (\dot{x}_0(t)) \sin^2(\omega_0 t) \right\} \quad (8.17)$$

Entsprechend ergibt sich für Gleichung 8.15

$$A \frac{d\Phi}{dT} = \frac{1}{2\pi} \int_0^{2\pi} d\theta \left\{ A \frac{\omega_1^2}{\omega_0 \gamma_0} \cos^2(\theta) \right\} \Rightarrow \frac{d\Phi}{dt} = \frac{1}{2\pi} \int_0^{T_p} dt \{ \omega_1^2(x_0(t)) \cos^2(\omega_0 t) \} \quad (8.18)$$

8.2.4 Variablentransformation

Im nächsten Schritt wird in den Integralen in Gleichung 8.17 und 8.18 eine Variablentransformation von der Zeit zur Auslenkung $x(t)$ beziehungsweise Geschwindigkeit $\dot{x}(t)$ durchgeführt (Abb. 8.3). Die folgenden Substitutionen werden unter der Näherung einer auf der Zeitskala einer einzelnen Oszillation nahezu harmonischen Schwingung durchgeführt, was durch die nur sehr geringe Störung und die hohe Güte des Oszillators gerechtfertigt ist. Mit den Substitutionen $x(t) = A \cos(\omega_0 t)$, $\dot{x}(t) = -A\omega_0 \sin(\omega_0 t)$, $d\dot{x}(t)/dt = -A\omega_0^2 \cos(\omega_0 t)$, $\sin(\omega_0 t) = -\dot{x}/(\omega_0 A)$, $\cos(\omega_0 t) = [1 - (\dot{x}/(\omega_0 A))^2]^{1/2}$ erhält man schließlich die Gleichung

$$\begin{aligned} 2\pi\Gamma(A) &= \frac{-\dot{A}}{A} = \frac{\gamma_0}{2} - \frac{2\omega_0}{\pi} \int_0^{T_p} dt \{ \gamma_1(\dot{x}) \sin^2(\omega_0 t) \} \\ &= \frac{\gamma_0}{2} - \frac{2\omega_0}{\pi} \int_0^{\dot{x}_{max}} d\dot{x} \left\{ \gamma_1(\dot{x}) \left(\frac{\dot{x}}{\dot{x}_{max}} \right)^2 \frac{dt}{d\dot{x}} \right\} \\ &= \frac{\gamma_0}{2} - \frac{2}{\pi\omega_0 A} \int_0^{\omega_0 A} d\dot{x} \left\{ \gamma_1(\dot{x}) \left[\left(\frac{\dot{x}}{\omega_0 A} \right)^2 \frac{1}{\sqrt{1 - (\dot{x}/\omega_0 A)^2}} \right] \right\} \end{aligned} \quad (8.19)$$

Wie Gleichung 8.19 zeigt, ist $\Gamma(A)$ im wesentlichen ein gewichtetes Mittel von $\gamma_1(\dot{x})$.

8.2.5 Diskretisierung

$\Gamma(A)$ ist zwar eine kontinuierliche Funktion, wird aber im Experiment diskret mit den Stützstellen A_i gemessen. Daher ist eine Diskretisierung der Gleichung 8.19 notwendig. Hierzu wird die Gewichtsfunktion (eckige Klammern in Gleichung 8.19) über die Intervalle zwischen den einzelnen Datenpunkten integriert. Unter Verwendung von

$$\int \frac{(x/a)^2}{\sqrt{1 - (x/a)^2}} = -(a/2)(x/a) \sqrt{1 - (x/a)^2} + (a/2) \arcsin(x/a) \quad (8.20)$$

erhält man

$$\begin{aligned} \Gamma_i &= \frac{\gamma_0}{4\pi} + \frac{1}{\pi^2 \omega_0 A_i} \sum_{j=1}^i \gamma_1(\dot{x}_j) \int_{\omega_0 A_{j-1}}^{\omega_0 A_j} d\dot{x} \left\{ \frac{(\dot{x}/\omega_0 A_i)^2}{\sqrt{1 - (\dot{x}/\omega_0 A_i)^2}} \right\} \\ &= \frac{\gamma_0}{4\pi} + \sum_{j=1}^i \xi_{1,j} \left\{ \frac{1}{2\pi^2 m \omega_0} \left[-(\dot{x}/\omega_0 A_i) \sqrt{1 - (\dot{x}/\omega_0 A_i)^2} + \arcsin(\dot{x}/\omega_0 A_i) \right]_{\omega_0 A_{j-1}}^{\omega_0 A_j} \right\} \end{aligned} \quad (8.21)$$

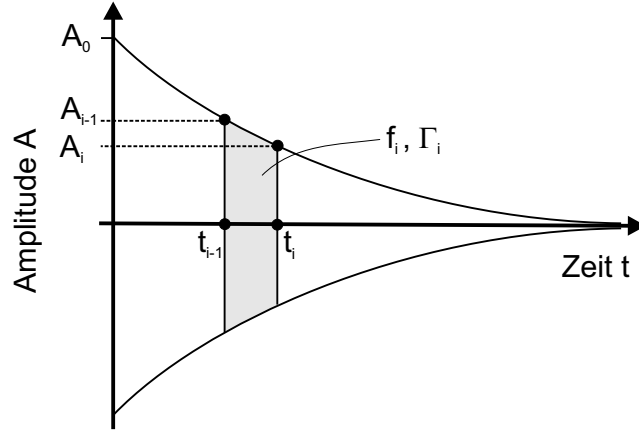


Abbildung 8.3: Diskretisierung und Variablentransformation

Gleichung 8.21 ist ein lineares Gleichungssystem in Dreiecks-Form $\Gamma_i = \frac{\gamma_0}{4\pi} + \sum_{j=1}^i \xi_{1,j} C_{ij}$, das numerisch invertiert werden kann, um die Parameter $\xi_{1,j}$ zu erhalten, was ja Ziel der Berechnung war.

Die gleichen Argumente lassen sich auf die Frequenzverschiebung anwenden, und man erhält analog

$$\begin{aligned} \delta f(A) &= \frac{1}{2\pi} \frac{d\Phi}{dt} = \frac{1}{4\pi^2} \int_0^{T_p} dt \{ \omega_1^2(x(t)) \cos^2(\omega_0 t) \} \\ &= -\frac{1}{\pi^2 A} \int_0^A dx \left\{ \omega_1(x)^2 \left(\frac{x}{A} \right)^2 \frac{1}{\sqrt{1 - (x/A)^2}} \right\} \end{aligned} \quad (8.22)$$

und

$$\delta f_i = -\sum_{j=1}^i \kappa_{1,j} \left\{ \frac{1}{2\pi^2 m} \left[-(x/A_i) \sqrt{1 - (x/A_i)^2} + \arcsin(x/A_i) \right]_{A_{j-1}}^{A_j} \right\} \quad (8.23)$$

was wiederum numerisch invertiert werden kann, um die gewünschten $\kappa_{1,j}$ zu erhalten.

8.2.6 Elastische Kraft und Reibungskraft

Um die (nichtlineare) elastische Kraft (Federkraft) und die Reibungskraft zu erhalten, müssen zunächst die elektrischen Amplituden mittels Gleichung 3.5 in mechanische Auslenkungen und laterale Geschwindigkeiten umgerechnet werden. Die amplitudenabhängige Federkraft erhält man nun durch Multiplikation der Federkonstanten κ_i mit der zugehörigen mechanischen Auslenkung x_i . Sie enthält lineare und nichtlineare Anteile der elastischen Kraft durch den Kontakt. Die geschwindigkeitsabhängige nichtlineare Reibungskraft erhält man durch Multiplikation der nichtlinearen Dämpfungskonstanten ξ_i mit \dot{x}_i . Sie enthält lineare und nichtlineare Anteile der Reibungskraft durch den Kontakt.

8.3 Nichtlinearitäten bei Metall-Substraten

Abb. 8.4 zeigt die Ergebnisse der nichtlinearen Analyse für den Gold-Glas Kontakt aus Abb. 7.5. Es werden jeweils exemplarisch 5 Kurven an charakteristischen Punkten (”frei”, ”gerade am Kontakt”, ”auf dem Dämpfungspeak”, ”hinter dem Dämpfungspeak” und ”tief im Kontakt”) während der Annäherung gezeigt. Dargestellt sind die von der elek-

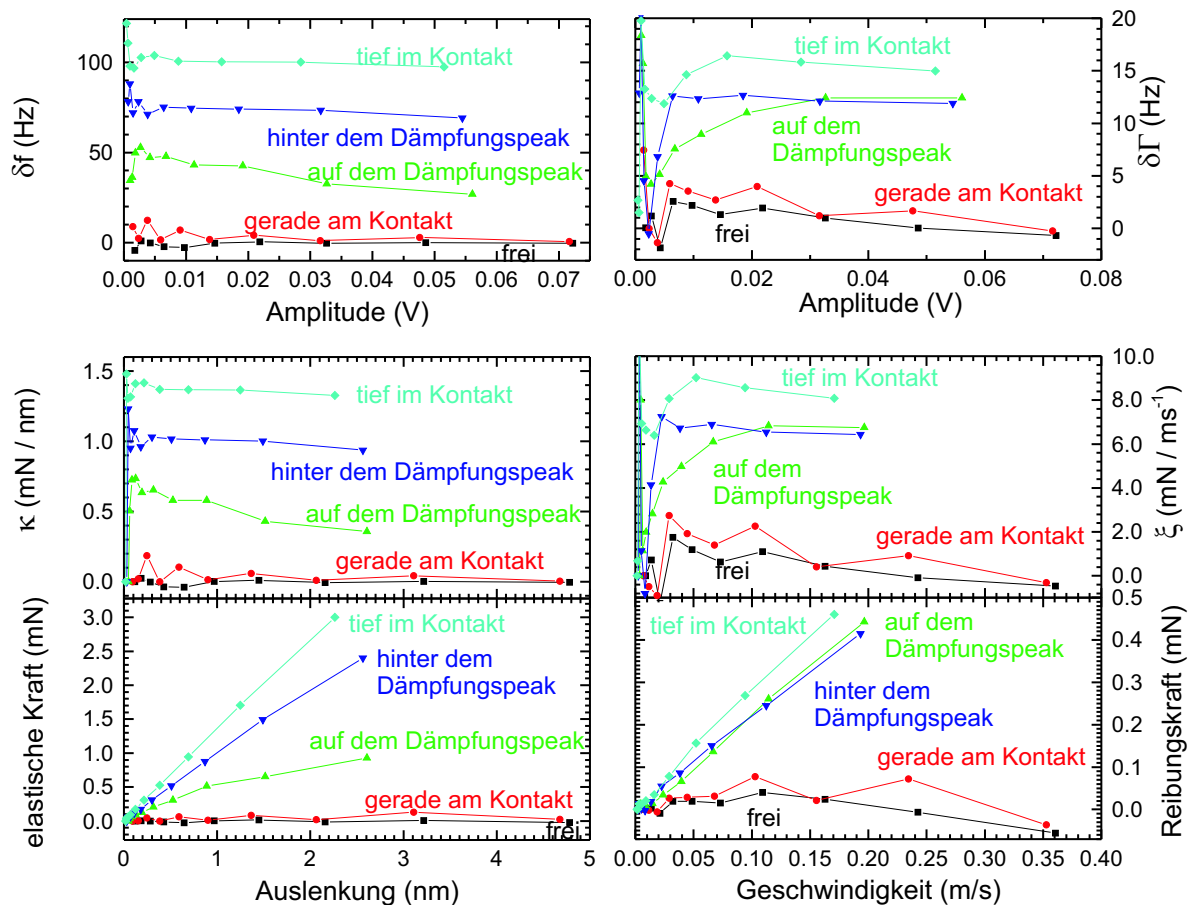


Abbildung 8.4: Nichtlineare Analyse für den Gold-Glas Kontakt aus Abb. 7.5

trischen Amplitude abhängigen δf_i und Γ_i (oben), die berechneten ξ_i und κ_i als Funktion der mechanischen Auslenkung beziehungsweise lateralen Geschwindigkeit (Mitte) und die elastische beziehungsweise Reibungskraft (unten). Außerhalb des Kontaktes sind ξ und κ konstant gleich null oder sehr klein und dementsprechend sind auch die elastischen Kräfte und die Reibungskräfte ebenfalls gleich null. Im Kontakt steigen ξ und κ an und zeigen charakteristische Abhängigkeiten von der mechanischen Amplitude beziehungsweise Geschwindigkeit.

8.3.1 Plastische Deformation

Bei Kontakten mit Metall-Substraten zeigt die elastische Kraft besonders an der Position des Dämpfungspeaks (Abb. 8.4) ein Verhalten, das dem der plastischen Deformation von Metallen ähnelt. An der Position des Dämpfungspeaks nimmt die Federkonstante ξ mit wachsender Dehnung ab und die Federkraft zeigt ein *sublineares* Verhalten. Abb. 8.5 zeigt

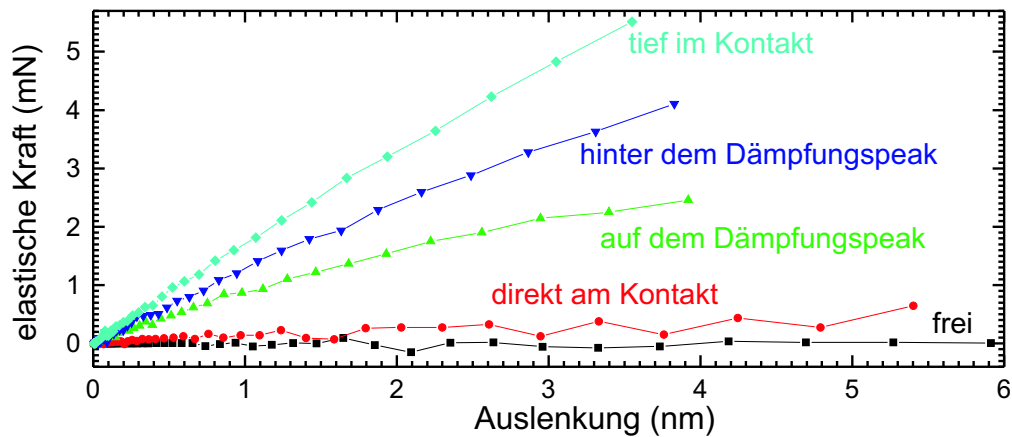


Abbildung 8.5: Elastische Kraft bei Gold–Gold Kontakt (Annäherung): Plastische Deformation

das Verhalten für die Annäherung bei einem Gold–Gold Kontakt noch einmal deutlicher und mit mehr Stützstellen. Im Gegensatz zu Metall-Substraten weisen Kontakte zwischen harten Oberflächen (Keramik–Glas Kontakt, Abschnitt 8.5) eine lineare Abhängigkeit auf. Das Verhalten des Gold–Gold Kontaktes kann durch plastische Deformation des Gold-Substrates erklärt werden. Wie in Abschnitt 2.4 dargelegt wurde, ist Gold ein duktiler Metall und kann sehr leicht plastisch verformt werden. So erinnert die Kurve in Abb. 8.5 sehr stark an das in Abb. 2.11 gezeigte Spannungs–Dehnungs-Diagramm für duktile Metalle. Während Metalle sich nur bis zu einer Dehnung von 0.01% linear-elastisch verhalten, ist die Scheramplitude mit bis zu 10 nm an der Quarzoberfläche so hoch, daß die Dehnung des 50 nm dicken Goldfilms über den linear-elastischen Bereich hinausgeht und sich das Metall im Kontaktbereich plastisch verformt.

8.3.2 Kritische Geschwindigkeit

Die Reibungskraft zeigt im Kontakt einen starken Anstieg mit der Amplitude beziehungsweise der Geschwindigkeit. Bei vielen Experimenten mit Gold-Substraten zeigt sich zudem, daß die Reibungskraft bis zu einer kritischen Geschwindigkeit v_c gleich null oder sehr

klein ist und erst dann linear mit der Geschwindigkeit ansteigt. Die kritische Geschwindigkeit

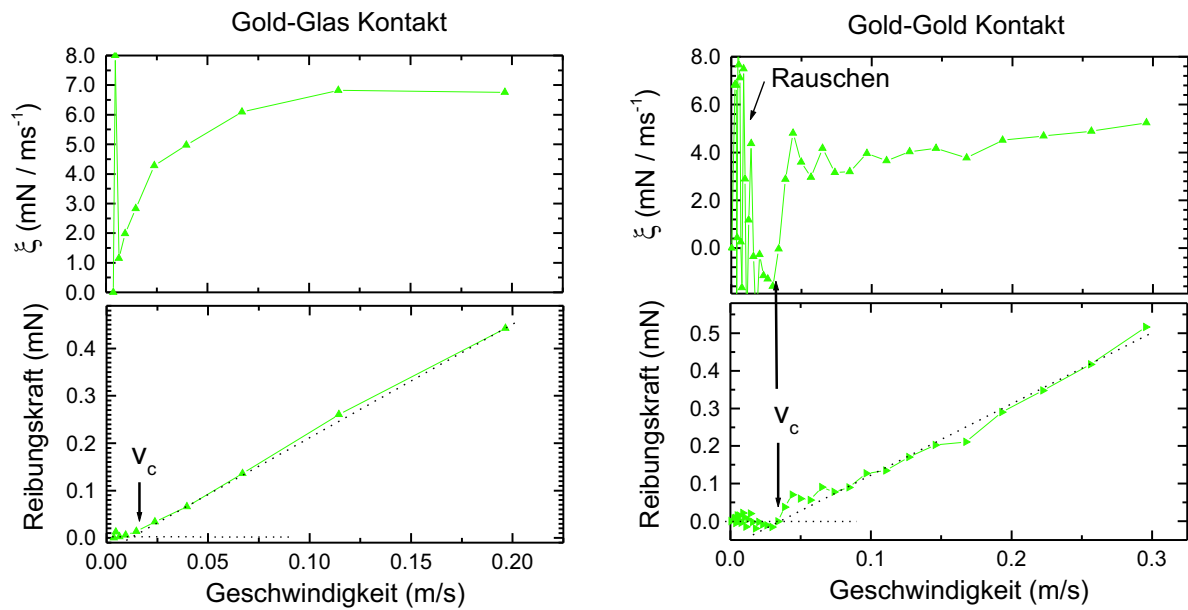


Abbildung 8.6: Die Reibungskraft bleibt bis zu einer kritischen Geschwindigkeit v_c null oder klein und beginnt erst dann linear mit der Geschwindigkeit anzusteigen.

keit v_c ist besonders hoch während der Annäherung bei beidseitigen Metall–Metall Kontakten an der Position des Dämpfungspeaks. Bei der Annäherung an ein Gold-Substrat ist die kritische Geschwindigkeit im Bereich von $v_c \approx 2$ cm/s. Die höchste beobachtete kritische Geschwindigkeit lag bei $v_c = 3.3$ cm/s (Abb. 8.6 rechts). Das Auftreten einer kritischen Geschwindigkeit wird ebenfalls bei der Entfernung beobachtet, allerdings seltener und mit kleinerem $v_c \approx 1$ cm/s als bei der Annäherung. Die kritische Geschwindigkeit v_c zeigt sich nicht erst bei der Reibungskraft, sondern schon bei $\xi(v)$, das bei kleinen Amplituden rapide abfällt. Meistens macht ξ bei kleinen Amplituden keinen Sprung wie in Abb. 8.6 rechts, sondern hat eine endliche Steigung wie in Abb. 8.6 links. Bei noch kleinen Schwingungsamplituden ist das Signal-Rausch Verhältnis schlecht und die gefitteten Werte werden sehr ungenau. Die in Abb. 8.6 gezeigten kritischen Geschwindigkeiten sind repräsentativ für etwa 20 Messungen. Die kritische Geschwindigkeit ist kein Artefakt durch Rauschen, weil das Rauschen erst bei noch kleineren Geschwindigkeiten beginnt. Ab der kritischen Geschwindigkeit steigt die Reibungskraft linear mit der Geschwindigkeit an. Dies ist ein starkes Indiz, daß es sich bei den hier vorliegenden Reibungsmechanismen nicht um trockene Gleitreibung im Sinne von Amontons handelt (Abschnitt 2.3.1). Das

vorliegende Verhalten ähnelt mehr der Reibung in Flüssigkeiten mit einer Reibungskraft proportional zur Geschwindigkeit.

Nach unserem Ansatz in Gleichung 8.1 hängt die Reibungskraft nur von der Geschwindigkeit ab. Daher tritt hier das Phänomen einer *kritischen Geschwindigkeit* auf. Da durch die Quarzoszillation Auslenkung und Geschwindigkeit aber in hohem Maß aneinander gekoppelt sind, ist an dieser Stelle nicht ganz klar, ob es sich um eine *kritische Geschwindigkeit*, oder eine *kritische Auslenkung* handelt. Hier wird deutlich, daß der Ansatz in Gleichung 8.1 eine durchaus relevante Einschränkung darstellt. Er ist im Sinne eines "Separations-Ansatzes" allerdings durchaus erfolgreich.

Für eine kritische Auslenkung würde sprechen, daß im Kontakt zur Bewegung der Kontaktfläche eine kritische elastische Kraft notwendig ist, die über elastische Konstanten mit einer kritischen Auslenkung verknüpft ist. Andererseits muß man in Betracht ziehen, wie die Messung eigentlich vonstatten geht. Die abklingende Quarzschwingung beginnt bei *hohen* Auslenkungen und Geschwindigkeiten, die beide durch die Dissipation abnehmen. Die Abbildungen, bei denen auslenkungs- und geschwindigkeitsabhängige Kräfte aufgetragen sind, müssen also von hohen zu niedrigen Auslenkungen und Geschwindigkeiten hin gelesen werden. Während der Vielzahl von Oszillationen beim Abklingen kommt es zu permanenten Adhäsions-Separations-Zyklen gemäß Abb. 4.7. Erst, wenn die kinetische Energie einen kritischen Wert unterschreitet, d.h. wenn die Geschwindigkeit eine *kritische Geschwindigkeit* v_c unterschreitet, wird die Kontaktlinie permanent festgehalten (Abb. 8.7). Dann nimmt die Dissipation rapide auf null ab, während die elastische Kraft bei der zugehörigen Auslenkung immer noch endliche Werte aufweist. Für dieses Argument spricht auch, daß die kritische Geschwindigkeit beim Annähern in den Kontakt ausgeprägter ist als bei der Separation. Die Zone, in der die kritische Geschwindigkeit auftritt, entspricht der des Dämpfungspeaks. In diesem Bereich wird während der externen Anregung die Kontaktlinie losgerissen und kann bis zur kritischen Geschwindigkeit den Adhäsions-Separations-Zyklen folgen. Bei der Annäherung ist dies natürlich einfacher, weil der Quarz aus einem frei schwingenden Zustand in einen Zustand permanenten Kontaktes übergeht. Umgekehrt ist bei der Separation der Ausgangspunkt ein "zusammengeschweißter" Kontakt, der verglichen mit der Oszillation nur langsam getrennt wird. Würde es sich um eine kritische Auslenkung handeln, so sollte auch bei der Separation ein kritischer Wert bei der Dissipation auftreten, und zwar mindestens ebenso ausgeprägt

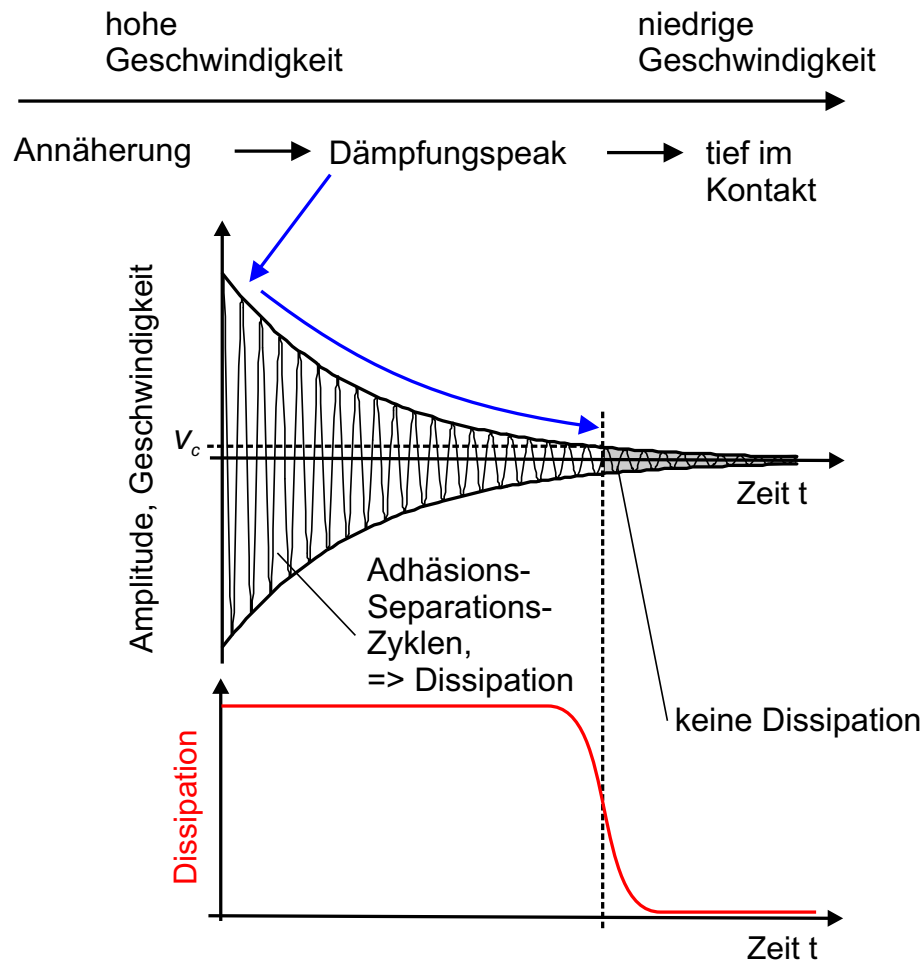


Abbildung 8.7: Illustration zur kritischen Geschwindigkeit.

wie bei der Annäherung, was aber nicht der Fall ist.

Dieser kritischen Geschwindigkeit v_c entspricht natürlich auch eine Auslenkung u_c . Diese kann mit $v_c = \omega \cdot u_c$ abgeschätzt werden. Bei der 12 MHz-Resonanz ergibt sich für ein $v_c = 2 \text{ cm/s}$ ein $u_c = 0.26 \text{ nm}$. Eine ganz andere Art von kritischer Amplitude, falls man es überhaupt so nennen darf, ist die Amplitude, ab der es bei der elastischen Kraft sichtbare Abweichungen vom linearen Verhalten gibt (Abb. 8.9). Dies ist zwischen 0.5 und 1 nm der Fall und damit wesentlich höher als u_c .

Zusammen mit dem Verhalten der elastischen Kraft, die Charakteristika von plastischer Deformation zeigt, kann das Auftreten einer rapiden Abnahme der Dissipation unterhalb einer kritischen Geschwindigkeit durch *Kaltverschweißung* der Goldoberflächen erklärt werden. Bei der Annäherung treten die beiden Oberflächen zunächst in einen Kontakt, bei dem noch keine Kaltverschweißung stattfindet. Die Oberflächenrauigkeiten verhindern zudem einen "Sprung in Kontakt". In diesem Zustand deformieren sich zunächst

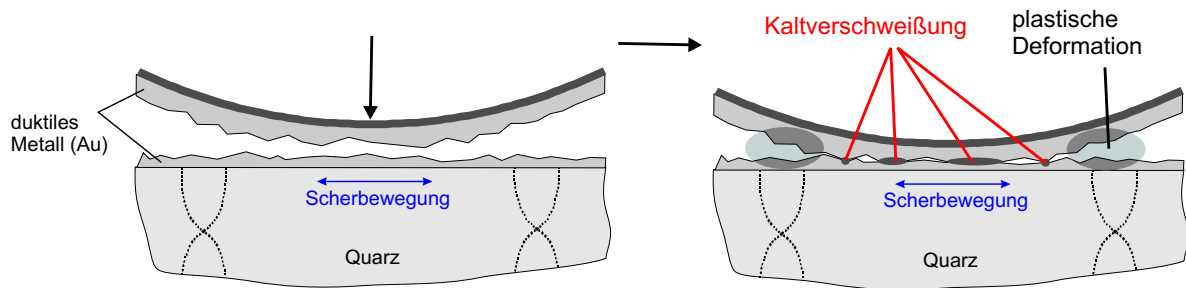


Abbildung 8.8: Rolle der Oberflächenrauigkeiten bei der Kaltverschweißung.

die Rauigkeiten und verursachen dadurch Dissipation (Abb. 8.8). Die für eine Kaltverschweißung notwendige Normalspannung ist im Bereich der für plastische Deformation notwendigen Fließspannung (etwa 205 MPa für Gold [Goo02]). Die bei der vorliegenden Geometrie abgeschätzten Normalspannungen liegen bei einem Kontaktradius von $10\ \mu\text{m}$ und Normalkräften von einigen mN im Bereich von 10 MPa. Aufgrund der Rauigkeit ist die wahre Kontaktfläche wesentlich kleiner als die scheinbare Kontaktfläche, wodurch die Normalspannung durchaus in den Bereich der Fließspannung treten kann oder auch diese deutlich übersteigen kann und Kaltverschweißung ist daher wahrscheinlich. In diesem Stadium kommt es zu Dissipation durch plastische Deformation in den permanenten Adhäsions-Separations-Zyklen im Sinne von Rollreibung. Eine zunehmende Deformation der Rauigkeiten auf beiden Seiten führt zu deren Abplatten und zu einer Vergrößerung der Kontaktfläche, was sich als Kaltverschweißung darstellt. Durch die Vergrößerung sinkt aber die Normalspannung zunehmend und kommt schließlich ganz zum Stillstand.

Ein experimentelles Indiz für diese Erklärung ist die wesentlich geringere kritische Geschwindigkeit beim Gold-Glas Kontakt in Abb. 8.6. Hier kann das Gold nicht kaltverschweißen, da ja die obere Fläche nicht aus Gold, sondern aus Glas besteht. Es kann aber sehr wohl am Glas haften (Adhäsion). Bei spröden Oberflächen (Abschnitt 8.5) wird gar keine kritische Geschwindigkeit beobachtet.

Die Kaltverschweißung läßt sich durch Kontamination verhindern, wie die Experimente mit Thiol-Monolagen im Kontakt zeigen. Die in Abb. 8.9 (aus der Messung in Abb. 7.11 an der Position der Schulter in der Dämpfung) gezeigte elastische Kraft weist weiterhin die Charakteristika der plastischen Deformation auf. Allerdings beginnt die Reibungskraft jetzt annähernd im Ursprung und die kritische Geschwindigkeit ist sehr klein. Eine obere

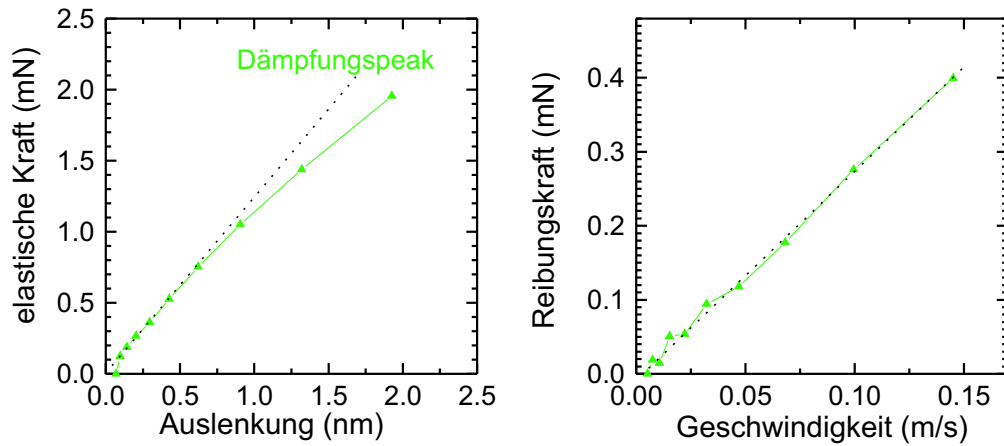


Abbildung 8.9: Bei einer Kontamination der Kontaktfläche eines Gold–Gold Kontaktes mit einer Thiol-Monolage verschwindet die kritische Geschwindigkeit am Dämpfungspeak.

Grenze für die kritische Geschwindigkeit ist im Rahmen der experimentellen Genauigkeit mit 0.5 cm/s anzugeben.

8.3.3 Abhängigkeit von der Normalkraft

Zu den Meßkurven an den fünf charakteristischen Punkten (zum Beispiel in Abb. 8.5) gehört jeweils eine andere Normalkraft. In Abb. 8.10 ist die Normalkraft mit angege-

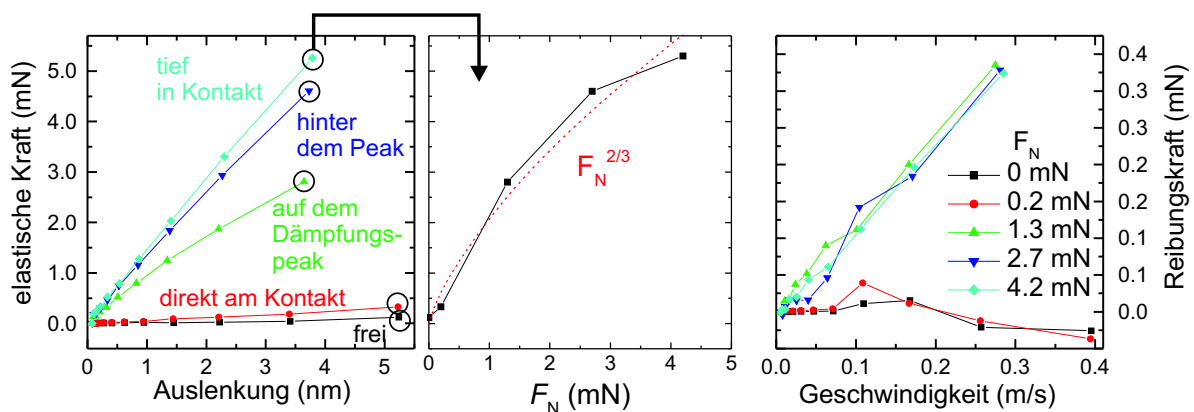


Abbildung 8.10: Abhängigkeit der elastischer Kraft und der Reibungskraft von der Normalkraft. Eine steigende Normalkraft (0–4.2 mN, unten links) hat im Kontakt keinen offensichtlichen Einfluß auf die Reibungskraft. Die elastische Kraft zeigt eine Abhängigkeit von der Normalkraft (rechts), die durch kontaktmechanische Modelle erklärt werden kann.

ben. Man sieht, daß die elastische Kraft mit der Normalkraft F_n ansteigt. Die elastische

Kraft sollte proportional zur Kontaktfläche sein, die wiederum nach der Hertz-Theorie proportional zu $F_N^{1/3}$ ist. Unter der Annahme von isotropen und frequenzunabhängigen elastischen Konstanten resultiert daraus $F_{el} \propto F_N^{2/3}$. Im rechten Teil von Abb. 8.10 sieht man die Auftragung der elastischen Kraft bei maximaler Amplitude gegen die Normalkraft. Es ergeben sich Abweichungen vom Hertz-Verhalten (die Daten folgen eher einer $F_N^{1/3}$ Abhängigkeit), die wahrscheinlich aus der plastischen Deformation und der schlecht definierten Kontaktfläche resultieren. Wie auch schon für den Gold–Glas Kontakt in Abb. 8.4 beobachtet wurde, hängt die Reibungskraft bei Gold-Substraten nicht in offensichtlicher Weise von der Normalkraft ab. Wegen des Fehlens einer offensichtlichen Abhängigkeit von der Normalkraft und der nahezu linearen Abhängigkeit von der Geschwindigkeit macht es auch keinen Sinn, einen Reibungskoeffizienten im Sinne von Amontons anzugeben.

8.3.4 Abschätzung des Schermoduls von Gold

Unter Vernachlässigung der plastischen Deformation kann aus den Daten in Abb. 8.10 der Schermodul (G-Modul) für Gold abgeschätzt werden. Die zugrundeliegende Gleichung ist $\tau = G \cdot \alpha$ mit der Schubspannung $\tau = F_{el}/A_c$ und dem Scherwinkel $\alpha \approx u/d$ mit $d = d_q/(2n)$ ist analog zum Hooke'schen Gesetz für den E-Modul. Durch Umformen und Einsetzen von $F_{el} = 5.3 \text{ mN}$, $d_q = 400 \mu\text{m}$, $n = 3$, $A_c = \pi r_c^2 = \pi(30 \mu\text{m})^2$ (abgeschätzt mit Hertz-Theorie, Abschnitt 2.2) und $u = 3.78 \text{ nm}$ ergibt sich der Schermodul zu $G = 33 \text{ GPa}$ was erstaunlich nahe am Literaturwert von $G = 28 \text{ GPa}$ [Vog74] liegt.

8.4 Polymer-Substrat

Abb. 8.11 zeigt die Annäherung einer Siliziumnitrid-Kugel an einen mit Polystyrol (etwa 55 nm Schichtdicke) beschichteten Schwingquarz. Aufgrund der Dämpfung der Quarzresonanz durch den Polystyrol-Film sind die mechanischen Amplituden und Geschwindigkeiten geringer als bei den Gold–Gold Kontakten. Ähnlich wie beim Gold–Gold Kontakt zeigt sich besonders am Dämpfungspeak ein sublineares Verhalten der elastischen Kraft (Abb. 8.11). Dieses Verhalten ist Ausdruck der nichtlinearen Viskoelastizität des Polystyrol-Filmes. Die Reibungskraft zeigt keine kritische Geschwindigkeit wie beim Gold–Gold Kontakt, jedoch steigt sie besonders am Dämpfungspeak superlinear

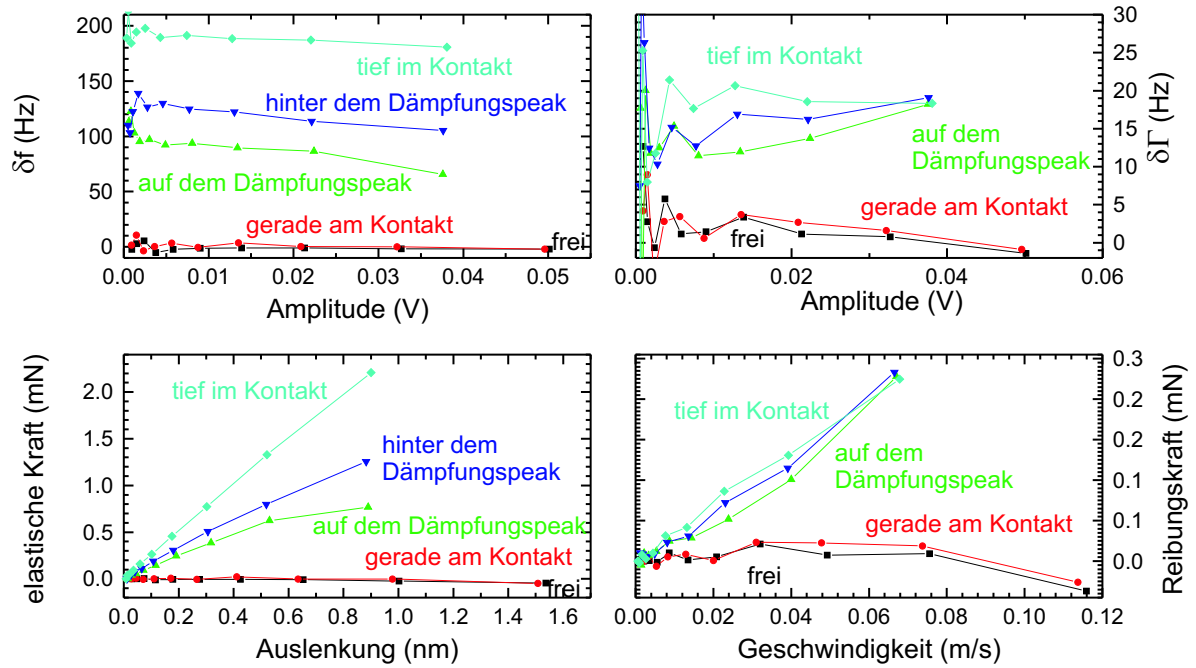


Abbildung 8.11: Nichtlineare Analyse bei einem Polystyrol-Siliziumnitrid Kontakt aus Abschnitt 7.5.

mit der Geschwindigkeit an (die Kurve ist linksgekrümmt). Offenbar nimmt bei Polymer-Substraten die Dissipation bei großen Geschwindigkeiten stärker zu als bei kleinen. Solch ein Verhalten ist aus der Hydrodynamik bekannt, wo sich aufgrund von Turbulenz die funktionelle Abhängigkeit bei hohen Geschwindigkeiten zu größeren Potenzen verändert.

8.5 Keramisches Substrat

8.5.1 Quarz-Siliziumnitrid Kontakt

In Abb. 8.12 werden die Ergebnisse der nichtlinearen Analyse für fünf nominale Abstände ("frei" bis "tief im Kontakt") der Annäherung einer Siliziumnitrid-Kugel an einen blanken Quarz aus Abb. 7.7 gezeigt. Die Frequenzverschiebung ist weitgehend unabhängig von der Schwingungsamplitude, was zu einer linearen Abhängigkeit der elastischen Kraft von der Amplitude führt (Abb. 8.12). Bei der Reibungskraft wird keine kritische Geschwindigkeit beobachtet. Als obere Grenze kann hier $v_c = 0.5$ cm/s angegeben werden. Allerdings zeigt die Reibungskraft eine sublineare Abhängigkeit von der Geschwindigkeit (gestrichelte Linie in Abb. 8.12 unten rechts). Tief im Kontakt wird die Dissipation durch Reibung auch noch von der Dissipation durch die Emission von Schallwellen überlagert ($\delta\Gamma = \delta\Gamma_{Schall} + \delta\Gamma_{Reibung}$). Diese Emission von Schallwellen $\delta\Gamma_{Schall}$ zeigt zwar keine

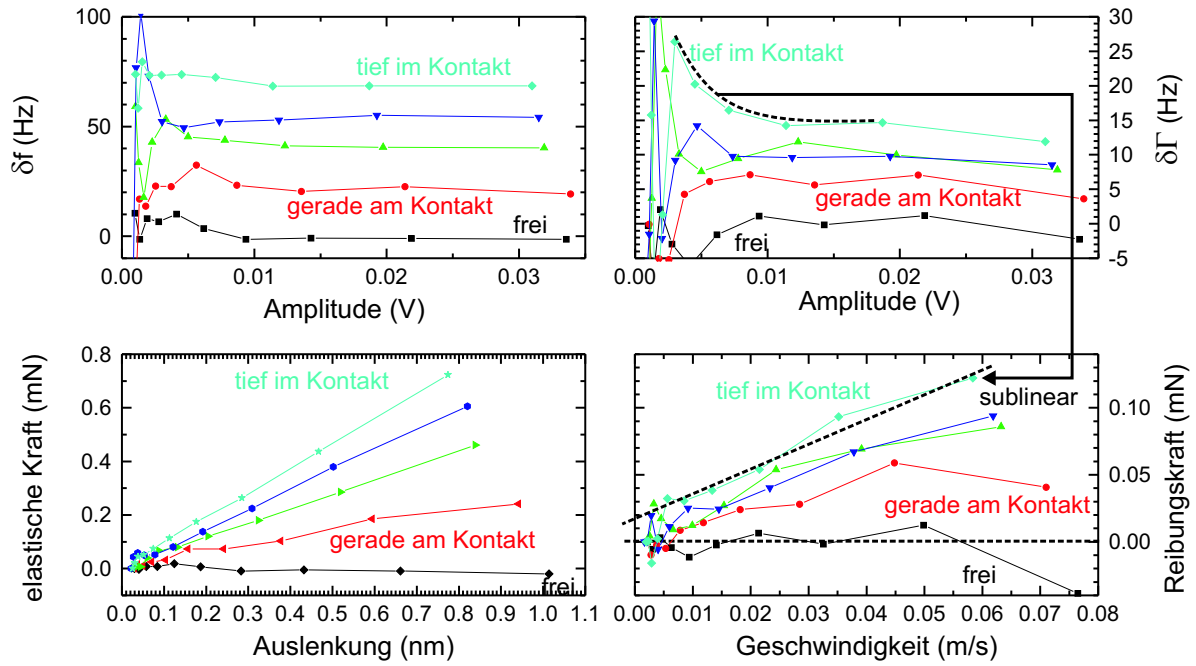


Abbildung 8.12: Nichtlineare Analyse beim Quarz–Siliziumnitrid Kontakt.

Nichtlinearitäten, hat aber einen konstanten Offset in $\delta\Gamma(A)$ und damit auch in $\xi(\dot{x})$ und einen linearen Anstieg von F_R zur Folge. Eine Trennung beider Anteile ist meist schwierig und nur über einen Fit der $\delta\Gamma(d)$ -Kurve mit dem Punktkontaktmodell (Gleichung 3.13) möglich. Da $\delta\Gamma$ proportional zur Kontaktfläche ist, ist der Anteil durch Schallemission direkt am Kontakt oder auch im Bereich des Dämpfungspeaks klein gegenüber dem Reibungsanteil (Abb. 3.9). In Abb. 8.12 zeigt $\delta\Gamma$ aber einen Anstieg bei kleinen Amplituden (gestrichelte Linie oben rechts), was eine Sublinearität bei der der Reibungskraft zur Folge hat. Offenbar kommt es weder zu Kaltverschweißung noch zu plastischer Deformation. Aufgrund der Sublinearität der Reibungskraft liegt hier eine Situation vor, bei der harte Oberflächen oszillatorisch gegeneinanderreiben und Energie ähnlich wie im Cobblestone-Modell (Abb. 2.7) dissipieren, das ja eine Geschwindigkeitsabhängigkeit $F_R(v) \propto v^0$ aufweist.

Sowohl die Frequenzverschiebung als auch die Dämpfung hängen von der Normalkraft ab. Die Maximalwerte der elastischen Kraft skalieren recht gut mit $F_N^{2/3}$ (Abb. 8.13), was für einen Hertz-Kontakt spricht (Abschnitt 8.3.3). Verglichen mit den Messungen an Gold-Substraten sind die Werte für elastische Kraft und Reibungskraft etwa um einen Faktor 2 niedriger, was durch eine im Vergleich kleinere Kontaktfläche bei den harten Oberflächen erklärbar ist.

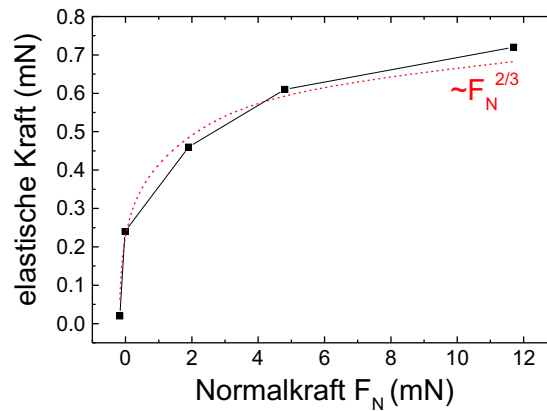


Abbildung 8.13: Abhängigkeit der elastischen Kraft von der Normalkraft beim Quarz–Siliziumnitrid Kontakt.

8.5.2 Quarz–Glas Kontakt

In einem vergleichbaren Experiment wurde ein Quarz–Glas Kontakt mit (mikroskopisch kontrolliert) sauberer Kontaktfläche hergestellt und eine nichtlineare Analyse mit 40 Segmenten durchgeführt. Abb. 8.14 zeigt die Ergebnisse der nichtlinearen Analyse für

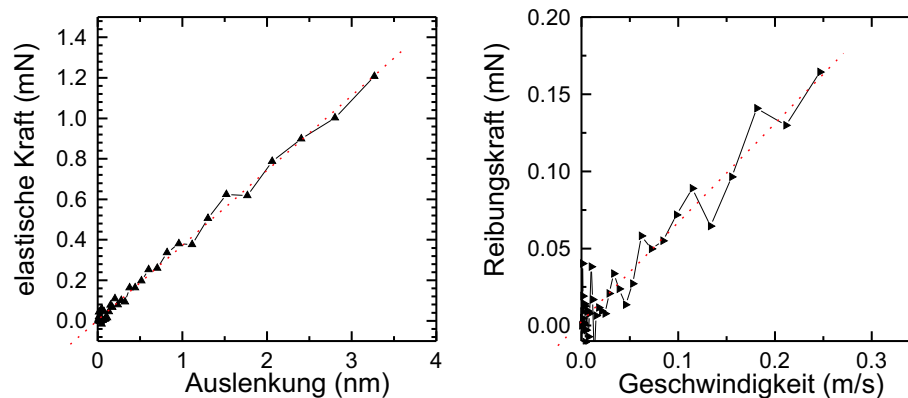


Abbildung 8.14: Nichtlineare Analyse beim Quarz–Glas Kontakt. Es ergibt sich eine weitgehend lineare Abhängigkeit der elastischen Kraft von der Amplitude und der Reibungskraft von der Geschwindigkeit. Die oszillatorischen Abweichungen vom linearen Verhalten sind ein Artefakt.

einen nominellen Abstand etwa 50 nm im Kontakt. Die elastische Kraft steigt linear mit der mechanischen Amplitude (Steigung $3.7 \cdot 10^5$ N/m). Eine Berechnung des Schermoduls analog zu Abschnitt 8.3.4 unter der Annahme von $r_c = 15 \mu\text{m}$ liefert den dynamischen Schermodul für Quarz von $G_{dyn} = 34$ GPa (zum Vergleich sei hier der effektive Schermodul $G_q = c'_{66} = 29.6$ GPa von Quarz im AT-Schnitt aus Tabelle 3.1 angegeben).

8.5.3 Glimmer–Gold Kontakt

Für einen Glimmer–Gold Kontakt ergibt sich ebenfalls eine lineare Abhängigkeit der elastischen Kraft von der Amplitude (Abb. 8.15). Aufgrund der hohen Dämpfung wegen

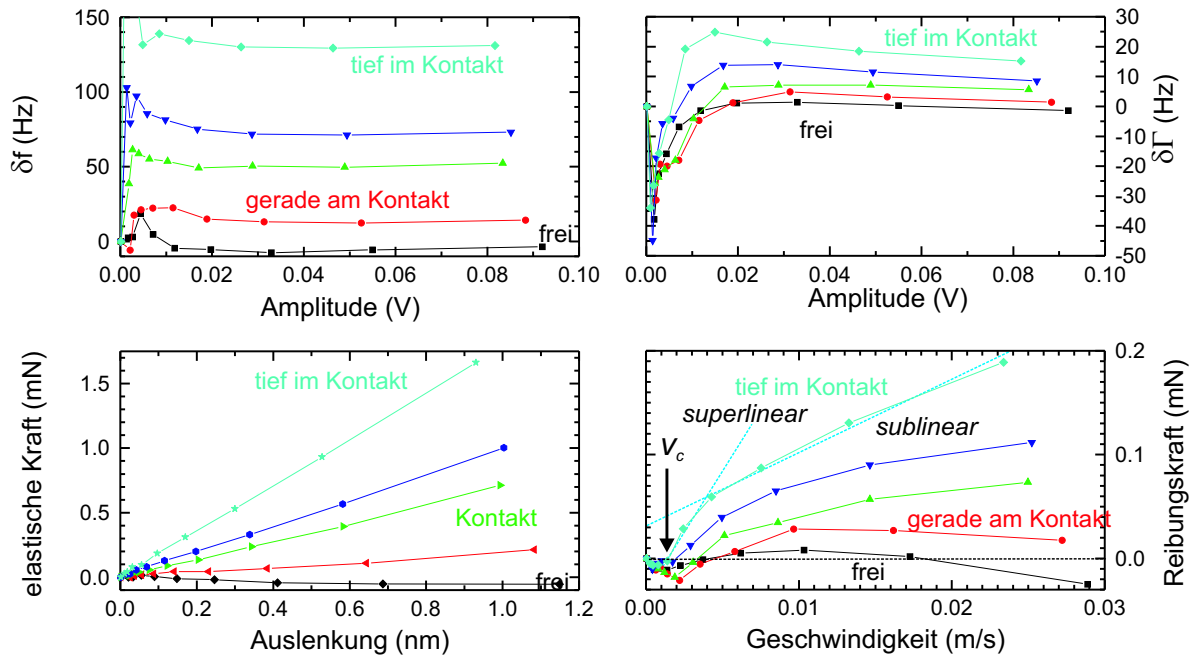


Abbildung 8.15: Nichtlineare Analyse beim Glimmer–Gold Kontakt: Linearer Anstieg der elastischen Kraft mit der Amplitude, sublineares Verhalten bei der Reibungskraft.

der Glimmer-Klebung sind die Auslenkungen und Geschwindigkeiten im Vergleich zu den vorherigen Substraten sehr gering. Bei der Dämpfung tritt bei kleinen Geschwindigkeiten ein starker Abfall auf. Als Konsequenz steigt die Reibungskraft nicht linear mit der Geschwindigkeit, sondern eher in Form einer Wurzelfunktion. Betrachtet man die Geschwindigkeitsabhängigkeit der Reibungskraft im Kontakt, so zeigen sich zwei verschiedene Bereiche: Ein superlinear Bereich bei kleinen Geschwindigkeiten mit einer kritischen Geschwindigkeit, und ein sublinearer Bereich bei mittleren und großen Geschwindigkeiten (Abb. 8.15 unten rechts). Ähnliche Ergebnisse erhält man auch für Glimmer–Glas und Glimmer–Siliziumnitrid Kontakte. Aufgrund der Multiplikation mit der Geschwindigkeit verschleiert die Reibungskraft den eigentlichen Sachverhalt. Betrachtet man sich die Rohdaten vor der nichtlinearen Analyse (Abb. 8.15 oben rechts), so stellt man fest, daß ein nahezu gleiches Verhalten auch außerhalb des Kontaktes auftritt und durch den Kontakt in seiner Form nicht in wesentlicher Weise beeinflusst wird. Gleiches Verhalten zeigt sich auch bei anderen mit Glimmer beklebten Quarzen und weist keine spezifischen

Eigenschaften der kontaktierenden Oberfläche wie beispielsweise plastische Deformation der Gold-Oberfläche auf. Daher liegt der Verdacht nahe, daß es sich bei den Beobachteten Effekten um Auswirkungen der Glimmer-Klebung handelt.

8.6 Mikropartikel auf dem Quarz

Für einen mit Silikat-Mikropartikeln beschichteten Quarz (Abschnitt 7.2) ergibt sich bei der Dämpfung und der Reibungskraft ebenfalls ein vom unbeschichteten Quarz abweichendes Verhalten (Abb. 8.16). Die in Abb. 8.16 gezeigten Kurven gehören zur Messung

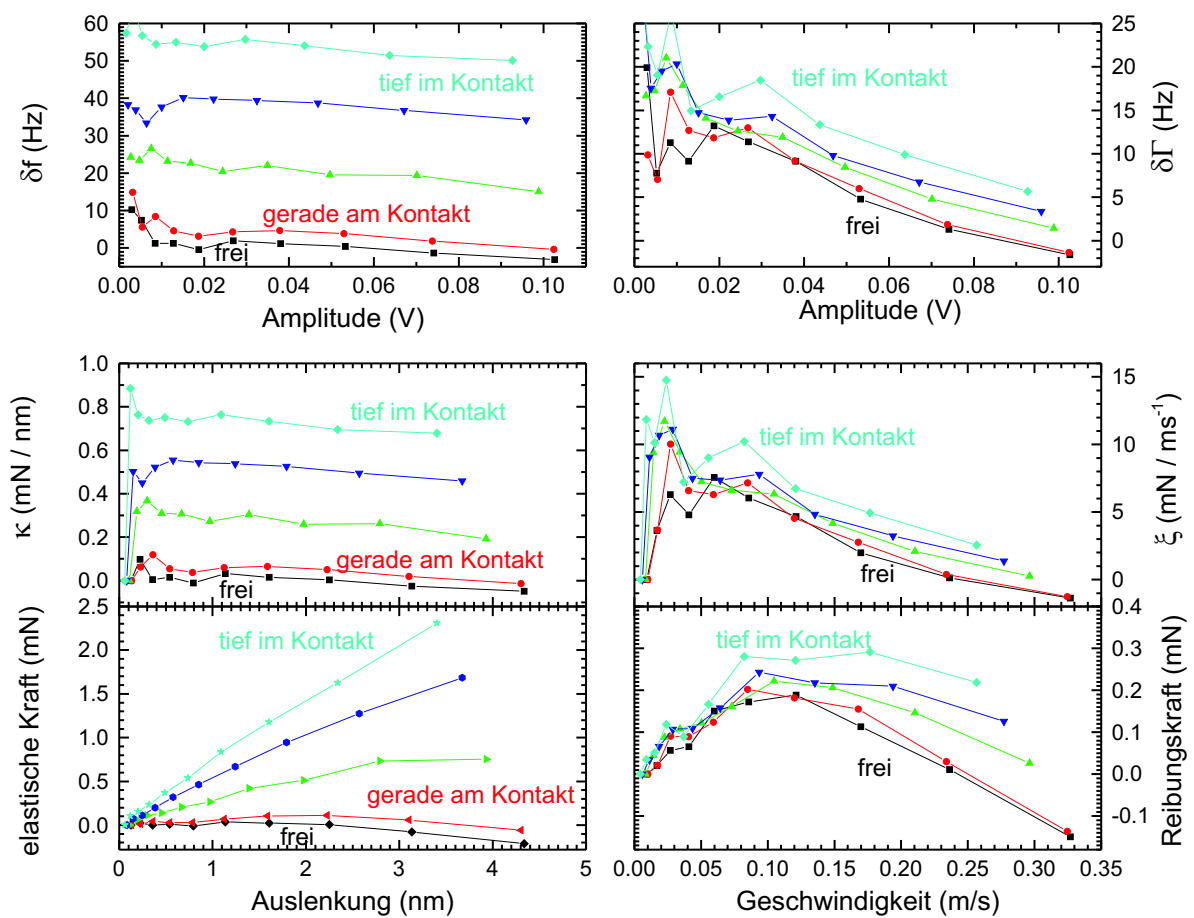


Abbildung 8.16: Nichtlineare Analyse bei einem mit Mikropartikeln besetzten Schwingquarz.

in Abb. 7.6. Der elastische Teil verhält sich analog zu den Gold–Gold Kontakten ohne Mikropartikel. Der dissipative Anteil wird schon außerhalb des Kontaktes stark von den Mikropartikeln beeinflusst und auch während des Kontaktes dominiert. Es ist bemerkenswert, daß Partikel mit $1.5\mu\text{m}$ Durchmesser in so geringer Zahl (Abb. 7.6 rechts) starke

nichtlineare Effekte in der Dissipation hervorrufen. Über die mikroskopischen Ursachen kann hier nur spekuliert werden. Möglicherweise ergibt sich eine vergleichbare Situation wie bei der Annäherung einer großen Kugel. Die kleinen Kugeln können der schnellen Quarzbewegung nicht folgen und verharren ortsfest. Während sich der Quarz unter ihnen hin- und herbewegt, wird Energie durch Rollreibung dissipiert.

9. Nichtlineare Dynamik in granularen Medien

Motiviert durch die Auswirkungen von runden Mikropartikeln auf die nichtlinearen Reibungskräfte von Schwingquarzen in Abschnitt 8.6 wurden Untersuchungen an granularen Medien durchgeführt. Viele Güter werden in Form von Granulaten und Körnern transportiert oder gelagert. Beim Aufschütten von granularen Medien zu Haufen entsteht selbständig eine kritische Hangneigung. Beim Hinzufügen weiterer Sandkörner rutschen diese entweder gleich ab oder verursachen Lawinen. Diese Lawinen besitzen eine Häufigkeitsverteilung in Form eines Potenzgesetzes. Man spricht hierbei von selbstorganisierter Kritikalität [Bak96]. Der Begriff bezieht sich dabei nicht nur auf die quasi selbstgefundene kritische Hangneigung, sondern auch auf die Dynamik des ganzen Haufens. Lawinen können eine Dynamik auslösen, die den gesamten Haufen erfasst, und nicht nur seine Oberfläche [CFK+93]. Das Resultat des Aufschüttens und der selbstorganisierten Kritikalität

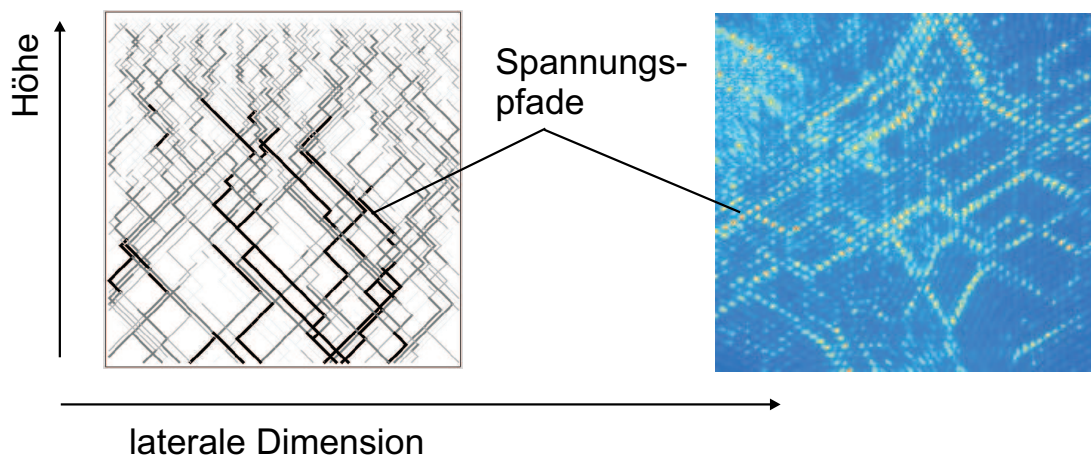


Abbildung 9.1: Spannungspfade in granularen Medien: Simulation (links) aus [PC97] und Visualisierung von W. Baxter, Pennsylvania State University (rechts)

ist ein Haufen, der nicht stabil sondern *fragil* ist. Man kann diesen Sachverhalt auch durchaus umgekehrt betrachten und die selbstorganisierte Kritikalität als ein Resultat

der Fragilität ansehen. Granulare Medien unterscheiden sich signifikant von Festkörpern [TW99], da sie sich in keinem stabilen mechanischen Gleichgewicht befinden, sondern sehr empfindlich auf kleine Störungen reagieren. Sie unterscheiden sich aber auch von Flüssigkeiten [PC97], da es beispielsweise keinen hydrodynamischen Druck gibt, der mit der Tiefe zunimmt, sondern es bilden sich entlang von Teilchen sogenannte "Spannungspfade" aus. Die Spannungspfade können durch Spannungsdoppelbrechung visualisiert werden [LNS⁺95]. Gerade die Spannungspfade sind Ausdruck der *Fragilität* der Haufen. Sie leiten externe Einflüsse durch den ganzen Haufen und strukturelle Veränderungen im Inneren des Haufens nach außen. Bei der Lagerung granularer Medien in Silos kommt es durchaus zu technisch relevanten Auswirkungen dieser Fragilität, da die Spannungspfade einen wesentlichen Teil des Gesamtgewichts der Körner auf die Seitenwände ableiten, und nur ein Bruchteil auf den Boden wirkt [PC97]. Eine kleine Störung innen oder außen an dem Haufen kann mittels der Spannungspfade und der fragilen Konstitution enorme Fluktuationen des ganzen Haufens auslösen. So kann die thermische Expansion von Getreidekörnern bei Temperaturänderungen von nur 1° Spannungsfuktuationen von bis zu 20 % am Boden auslösen. In der Literatur [PC97, CBCW98, MC98] werden bezüglich der fragilen Konstitution physikalische Modelle diskutiert, die oftmals nur numerisch in Form von Simulationsrechnungen lösbar sind.

In diesem Kapitel werden Quarzresonatoren benutzt, um die Eigenschaften (Fragilität, Spannungspfade) von kleinen Haufen von Salz, Glaskugeln oder Glasschrot zu untersuchen. Dabei wird der Quarz nicht nur als Sensor, sondern auch als Akteur verwendet. Die Scherbewegung an der Oberfläche mit Auslenkungen im nm-Bereich induzieren am Boden der aufgeschütteten Haufen kleine Störungen, die in den Haufen eine Dynamik auslösen. Die Quarz-Schwingung löst zwar keine Lawinen aus, hat aber trotzdem eine Spannungsentwicklung zur Folge, die mit Fragilität erklärbar ist. Diese wirkt sich direkt auf die Scherschwingung des Quarzes aus und kann als Änderung der Resonanzparameter gemessen werden.

9.1 Salzkörner

Werden Salzkörner (haushaltsübliches Kochsalz mit nahezu kubischen Körnern mit etwa 0.5 mm Kantenlänge) auf einen Quarzresonator gestreut, so steigen sowohl Resonanzfre-

quenz als auch Dämpfung an.

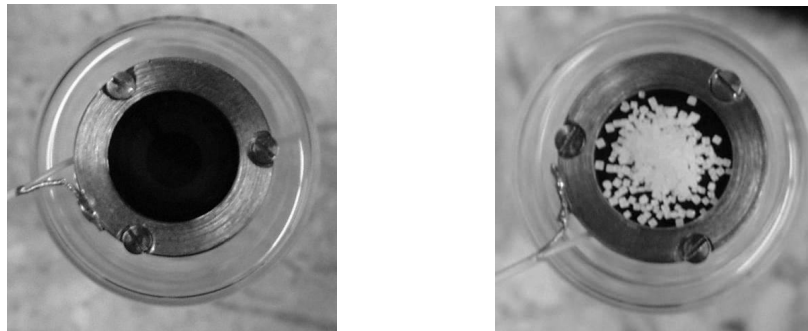


Abbildung 9.2: Leerer Quarz (links) und Quarz mit einem kleinen Haufen von Salzkörnern (rechts)

Abb. 9.3 zeigt ein Experiment, bei dem Salzkörner in Portionen von etwa 10 Körnern zentral auf einen Schwingquarz mit Goldelektroden gestreut werden, bis sich ein kleiner Haufen bildet (Abb. 9.2).

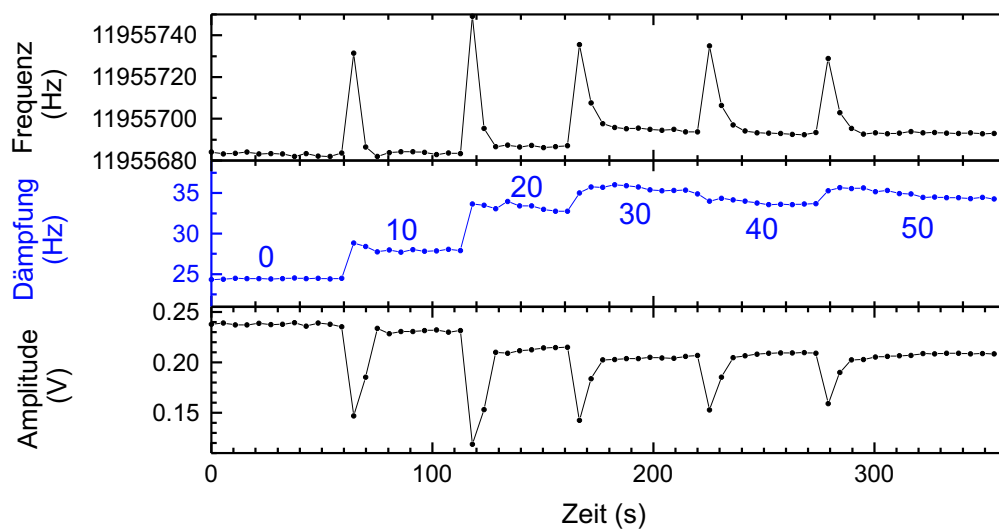


Abbildung 9.3: Frequenz, Dämpfung und Amplitude eines Schwingquarzes, auf den in einzelnen Portionen je etwa 10 Salzkörner gestreut werden.

Bei dem Quarz mit den Salzhaufen fallen sowohl Frequenz als auch Dämpfung mit der elektrischen Amplitude ab. Nach der nichtlinearen Analyse aus Abschnitt 8.2 werden die elastische Kraft als Funktion der mechanischen Auslenkung und die Reibungskraft als Funktion der Geschwindigkeit ausgerechnet.

Im linken Teil von Abb. 9.4 werden die Ergebnisse für die Plateaus aus Abb. 9.3 gezeigt.

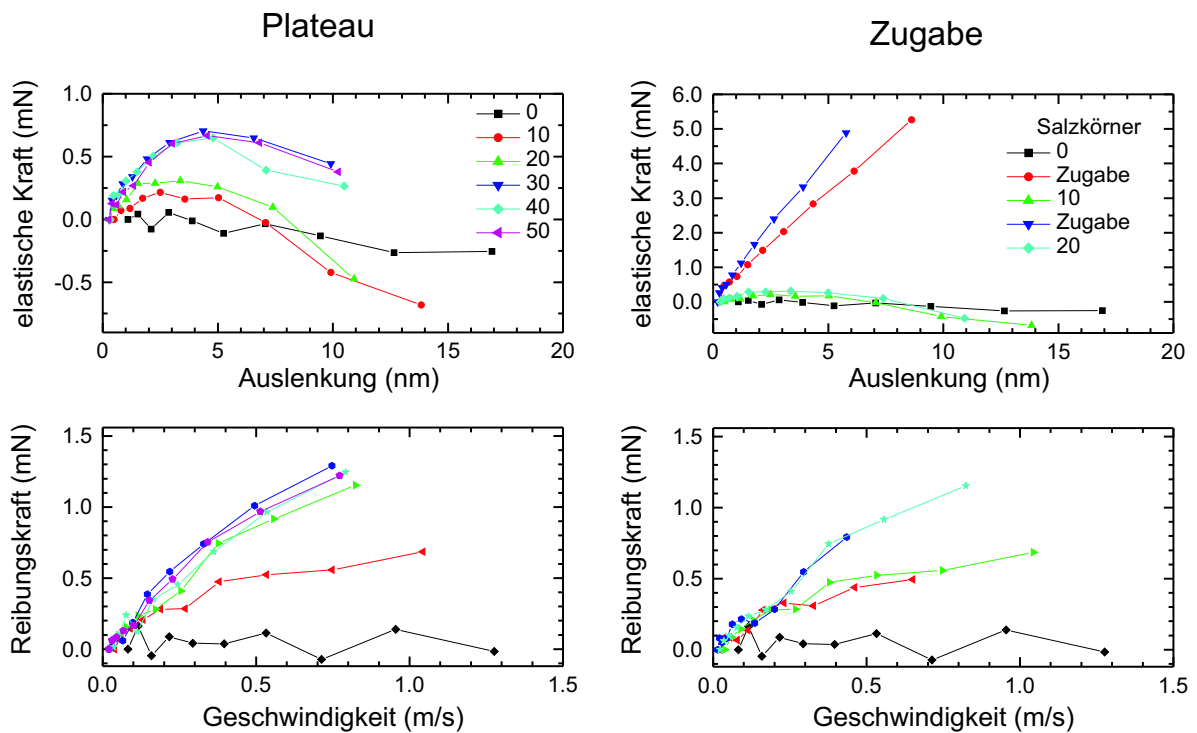


Abbildung 9.4: Elastische Kraft und Reibungskraft bei den Plateaus (links) und beim Aufstreuen der Salzkörner (rechts) von Abb. 9.3

Es zeigt sich ein deutlich anderes Verhalten als bei den Reibungsexperimenten. Weder elastische Kraft noch die Reibungskraft steigen linear an. Zunächst steigt die elastische Kraft an, fällt dann aber bei größeren Auslenkungen wieder ab. Offenbar verschieben sich ab einer gewissen Auslenkung die Salzkörner durch die zyklische Verscherung leicht gegeneinander, um elastische Kräfte abzubauen. Dies deutet auf eine *Scher-Instabilität* hin, bei der eine Scherung oberhalb eines kritischen Wertes das System von einem metastabilen Gleichgewicht in eine tiefere Potentialmulde treibt (Doppelmuldenpotential). Dafür ist eine mechanische Auslenkung von 10–15 nm ausreichend. Die Reibungskraft besitzt eine sublineare Steigung. Ab 30 Salzkörnern tritt sowohl bei der elastischen als auch bei der Reibungskraft eine Sättigung ein. Zu den Zeitpunkten, an denen die Salzkörner aufgestreut werden, zeigt sich in der Kinetik in Abb. 9.3 jeweils eine Spitze bei der Frequenz, aber nicht bei der Dämpfung. Dies ist auch bei der elastischen Kraft und der Reibungskraft sichtbar (Abb. 9.4 rechts). Die elastische Kraft zeigt zum Zeitpunkt der Salzzugabe um einen Faktor 10 größere Werte als auf den Plateaus von Abb. 9.3. Außerdem ist im Gegensatz zu den Plateaus der Anstieg mit der Auslenkung fast linear. Bei der Reibungskraft tritt dies nicht auf. Sie zeigt eine ähnliche Abhängigkeit von der Geschwindigkeit

wie auf den Plateaus. Die Zugabe kann zeitlich leider nicht genau aufgelöst werden, da die Zugabe etwa 1–2 Sekunden dauert, die Messung aber etwa 5–6 Sekunden. Da bei der Salzzugabe der Anstieg der Frequenz in der Messung instantan erscheint, das Abklingen sich aber mit etwa 16 Sekunden über mehrere Datenpunkte erstreckt (Abb. 9.3), handelt es sich um eine *Relaxation* des Salzhaufens, bei der mechanische Spannungen abgebaut werden. Diese Relaxations-Hypothese wird von einer Aussage in [PC97] unterstützt, wonach auch kleine mechanische Deformationen (10^{-5} – 10^{-4}) der einzelnen Körner (beispielsweise durch kleine Temperaturänderungen) in einem Silo die Last auf den Boden um mehr als 20% verändern können. Kleine Veränderungen in der relativen Teilchenorientierung (hier ausgelöst durch die Scherbewegung des Quarzes) können große Auswirkungen auf die Spannungspfade (Abb. 9.1) und damit die Spannungsverteilung am Boden und an der Quarzoberfläche haben. Nach [PC97] ist die Umordnung der Spannungspfade zudem mit der Emission von akustischen Schallwellen ähnlich dem Barkhausen-Rauschen bei der Umordnung von Domänengrenzen in Magneten verbunden.

9.2 Glaskugeln

Werden anstatt der Salzkörner Glaskugeln mit 480 μm Durchmesser (Duke Scientific Corp.) auf die Goldelektroden des Schwingquarzes aufgestreut, so zeigt sich ein ähnliches Verhalten. Beim Aufstreuen bilden die Glaskugeln allerdings keine kleinen Häufchen wie

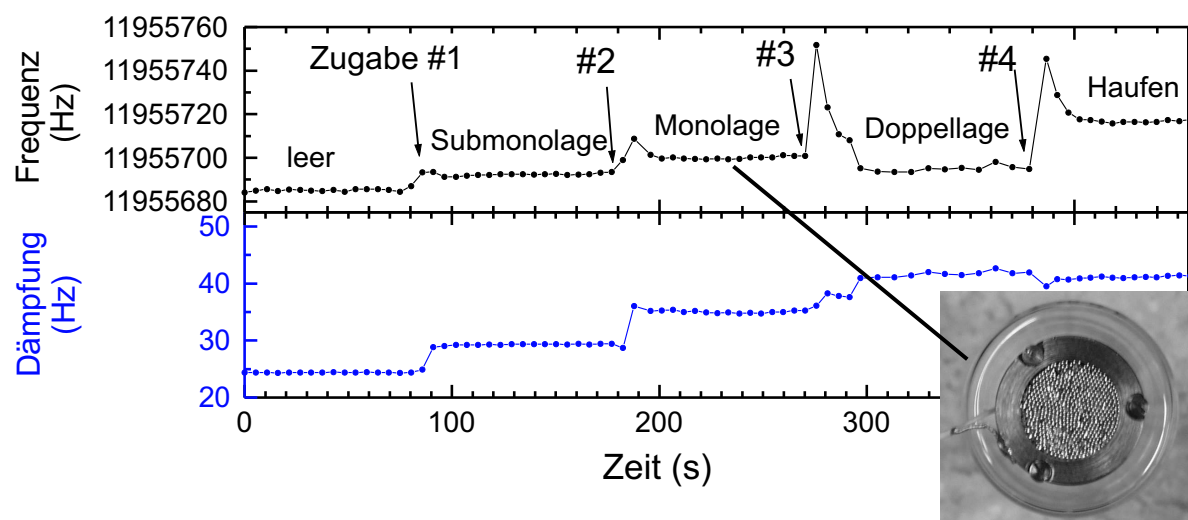


Abbildung 9.5: Frequenz und Dämpfung beim Aufstreuen von Glaskugeln auf einen Schwingquarz und Photographie einer geschlossenen Monolage.

bei den Salzkörnern, da sie sofort wegrollen. Sie werden nur von der Berandung des Quarzhalters am kompletten Wegrollen gehindert und bilden zunächst eine geordnete Lage mit hexagonalem Muster. Die Frequenz zeigt beim Aufschütten der Submonolage oder Monolage auch keine so stark ausgeprägte Spitze wie bei den Salzhäufchen. Die ausgeprägte Spitze in der Frequenz beim Aufschütten mit anschließender Relaxation zeigt sich erst ab einer geschlossenen Lage.

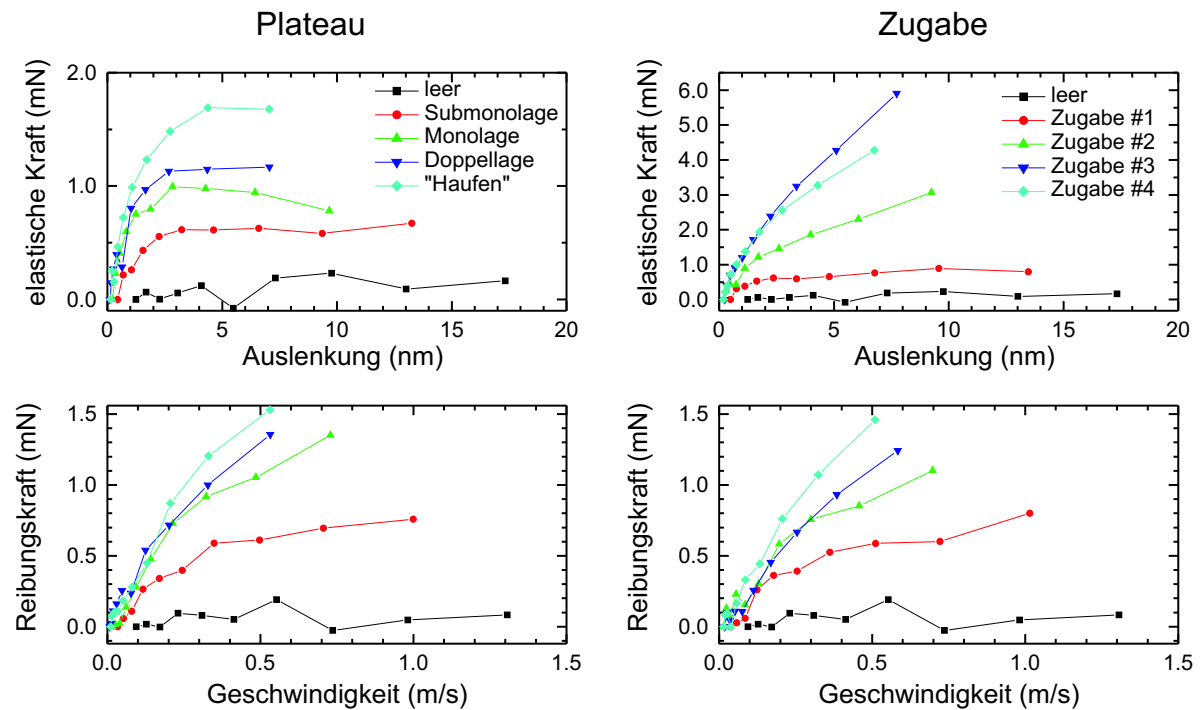


Abbildung 9.6: Elastische- und Reibungskraft auf den Plateaus (links) und bei der Zugabe (rechts) von Glaskugeln mit mit $480 \mu\text{m}$ Durchmesser aus Abb. 9.5.

Die Ergebnisse der nichtlinearen Analyse zeigen ebenfalls gewisse Ähnlichkeiten mit den Experimenten mit Salzkörnern. Auf den Plateaus steigt die elastische Kraft zunächst mit der Auslenkung an, bleibt dann aber bei höheren Auslenkungen weitgehend konstant (Abb. 9.6 links). Die Reibungskraft steigt (sublinear) mit der Geschwindigkeit an. Bei der Zugabe (besonders ab der Monolage) ist die elastische Kraft viel höher als auf den Plateaus (Abb. 9.6 rechts). Sie steigt zunächst sublinear mit der Auslenkung, geht dann aber in eine lineare Steigung über. Die Abhängigkeit der Reibungskraft von der Geschwindigkeit ist vergleichbar mit der auf den Plateaus.

9.3 Kleine Glaskugeln

Da die Glaskugeln mit $480\ \mu\text{m}$ keine richtigen Haufen gebildet haben, wurden nun kleinere Glaskugeln verwendet. Dabei handelt es sich um Glasschrot, wie er zum Sandstrahlen verwendet wird. Er ist gut rieselfähig und klumpt nicht zusammen. Die einzelnen Körner sind annähernd kugelförmig mit einem Durchmesser von $90\ \mu\text{m}$ (Hartelastisches Natronglas, MHG Strahlanlagen GmbH), besitzen aber nicht die Präzision und Monodispersität wie im vorherigen Experiment.

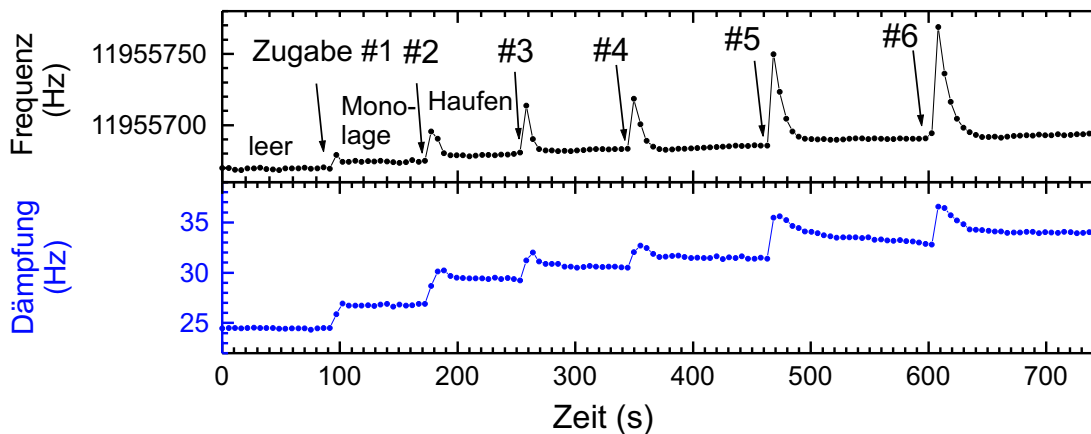


Abbildung 9.7: Frequenz und Dämpfung beim Aufstreuen von Glasschrot auf einen Schwingquarz.

Die in Abb. 9.7 gezeigte Kinetik beim Aufschütten eines Haufens von Glasschrot auf das Zentrum eines Schwingquarzes zeigt wiederum große Ähnlichkeit mit den Experimenten von Salz und größeren Glaskugeln. Allerdings bilden sich diesmal kleine Haufen mit einer kritischen Hangneigung von etwa $20 - 30^\circ$. Wiederum zeigen sich die Spitzen bei der Frequenz zu den Zeitpunkten des Aufschüttens.

Die anschließende Relaxation dauert etwa 40 Sekunden und ist damit mehr als doppelt so lange wie bei den Salzkörnern. Die Relaxationsdynamik hängt offenbar von Teilchenparametern wie Größe und Form ab. Außerdem ist die Relaxation auch in der Dämpfung zu sehen. Die Relaxationsdynamik zeigt bei der Frequenz einen exponentiellen Abfall $f(t) = A \cdot e^{-t/T}$ mit der Zerfallskonstante $T=9.7\ \text{s}$ (Abb. 9.8). Um zu klären, ob die nach der Zugabe beobachtete Zerfallsdynamik durch die Zugabe selbst oder durch die Scherung des Quarzes verursacht wird, wurde bei einem Experiment auf einen Quarz ohne angelegtes Signal ein mit Zugabe #6 in Abb. 9.7 vergleichbarer Haufen Glasschrot aufgebracht.

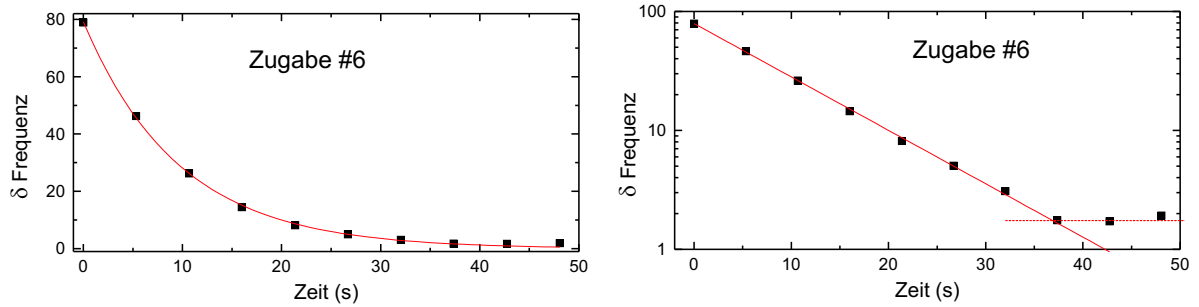


Abbildung 9.8: Relaxationsdynamik von Zugabe # 6 aus Abb. 9.7: Exponentieller Abfall (links) und logarithmische Auftragung (rechts).

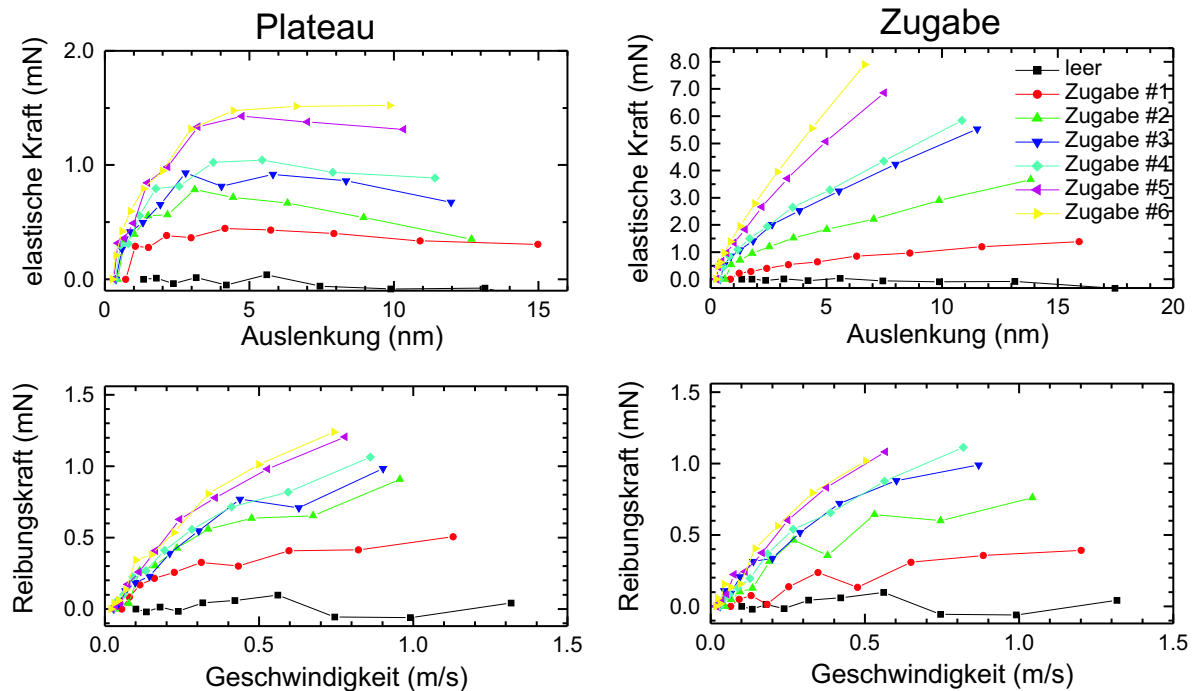


Abbildung 9.9: Elastische Kraft und Reibungskraft bei den Plateaus (links) und beim Aufstreuen (rechts) des Glasschrots aus Abb. 9.7.

Nach einer Wartezeit von etwa 50 s wurde ein Signal an den Quarz angelegt und mit der Kinetik-Messung begonnen. Sowohl Resonanzfrequenz als auch Dämpfung blieben konstant, wie bei den Plateaus in Abb. 9.7. Dies zeigt, daß die Relaxationsdynamik nach der Zugabe ein Effekt der Zugabe selbst ist. In wie weit diese Dynamik durch die Quarzschwingung selbst beeinflusst wird, ist unklar, da der Quarzresonator gleichzeitig als Sensor und Aktor arbeitet. Auch bei höheren Haufen zeigt sich beim weiteren Aufschütten immer wieder die Spitze bei der Frequenz, obwohl bei der Zugabe fast kein Sand mehr

direkt auf Quarz fällt, sondern hauptsächlich auf den Haufen. Eine Erklärung dafür können die speziellen Eigenschaften der granularen Medien liefern. Auch wenn die Schallwellen den Haufen nicht mehr ganz durchdringen, wird doch die Dynamik des Haufens über die Spannungspfade an den Boden des Haufens und damit an die Quarzoberfläche übertragen. Die Ergebnisse der nichtlinearen Analyse ähneln sehr den der größeren Glaskugeln (Abb. 9.9).

10. Diskussion zur Kontaktmechanik

10.1 Instrumentelles

Das Ring-down Verfahren zusammen mit der in dieser Arbeit entwickelten nichtlinearen Analyse stellt ein leistungsfähiges Werkzeug dar, das es ermöglicht, explizit nichtlineare elastische und dissipative Wechselwirkungen als Funktion von Auslenkung und Geschwindigkeit an der Quarzoberfläche zu bestimmen. Die Quarzresonatoren erschließen für Kontaktmechanik-Experimente mit ihrer kleinräumigen oszillatorischen Bewegung einen Geschwindigkeitsbereich von bis zu 1.5 m/s, der von anderen mikro- und nanotribologischen Instrumenten wie Surface Forces Apparatus (SFA) und Rasterkraftmikroskop (AFM) nicht erreicht werden. Dabei ist in Kontaktmechanik-Experimenten mit Quarzresonatoren die Geometrie des Kontaktes mit dem SFA vergleichbar (Kontaktradien im μm -Bereich), und durch die Glimmer-Klebung ist eine Untersuchung atomar glatter Oberflächen möglich (Kapitel 4). Die Quarzresonatoren stellen sowohl hohe Geschwindigkeiten als auch hohe Frequenzen bei einer *kleinräumigen* oszillatorischen Bewegung mit Auslenkungen bis 20 nm bereit. Wegen dieser Kleinräumigkeit der Bewegung wird auch bei hohen Geschwindigkeiten ein lokaler mikroskopischer Kontakt bei weitgehend unveränderter Geometrie untersucht.

Das Verfahren der nichtlinearen Analyse (Kapitel 8) ist nur deshalb so erfolgreich, weil die ungestörte Quarzresonanz eine so hohe Güte besitzt ($Q > 10^5$) und die Resonanz durch die Wechselwirkungen durch den Kontakt an der Oberfläche nur in geringem Maß gestört wird. Neben den Reibungs-Experimenten ist das Verfahren auch zur Untersuchung der Mechanik in granularen Medien anwendbar, wobei es sich im weitesten Sinne auch um Kontaktmechanik-Experimente handelt. Es eignet sich aber auch zur Charakterisierung von mechanischen Eigenschaften dünner Filme, die sich in der Kontaktzone zwischen zwei anderen Oberflächen befinden, was insbesondere für die Untersuchung von molekularen

Schmiermitteln von Interesse ist. Im folgenden sollen die Ergebnisse der nichtlinearen Analyse nochmals zusammenfassend interpretiert werden.

10.2 Kontaktmechanik-Experimente

Bei der Charakterisierung von mikroskopischen Kontakten zwischen Oberflächen zeigen sich materialspezifische Eigenschaften für weiche, duktile, harte und spröde Materialien. Aufgrund der vermutlich geringen Auslenkungen von bis unter 20 nm handelt es sich bei dem betrachteten Regime weniger um ein Gleiten, als eher um ein oszillatorisches Abrollen der beiden Oberflächen aufeinander. Für Kontakte, bei denen duktile Metall-Oberflächen beteiligt sind (ein- oder beidseitige Gold-Kontakte), zeigt sich:

- ein starker Peak bei der Dämpfung am Kontakt (Abb. 7.1)
- eine Zunahme von Obertönen simultan zum Dämpfungspeak
- ein Verschwinden des Dämpfungspeaks bei Anregung auf höheren Harmonischen
- eine Hysterese des Dämpfungspeaks bei Adhäsions-Separations-Zyklen
- ein Verschwinden des Dämpfungspeaks bei Kontamination der Kontaktfläche
- eine sublineare Abhängigkeit der elastischen Kraft von der Auslenkung
- eine kritische minimale Geschwindigkeit, ab der die Reibungskraft linear zunimmt

Diese Beobachtungen fügen sich zu folgendem Bild zusammen: Werden zwei saubere Metalloberflächen aneinander angenähert, so verhindern die Oberflächenrauigkeiten einen Sprung in Kontakt. Vielmehr reiben die Oberflächen im Kontaktbereich gegeneinander (*Rollreibung*) und deformieren sich dabei plastisch. Dies ist mit Dissipation verbunden, wie der Peak bei der Dämpfung zeigt. Daß dies auch mit Nichtlinearitäten verbunden ist, zeigt sich durch eine simultane Zunahme der Obertonamplituden (Abb. 7.1). Wird die Normalkraft durch Verringerung des nominellen Abstandes erhöht, so deformieren sich die Rauigkeiten der duktilen Metalloberflächen, was mit starker Dissipation verbunden ist (*Dämpfungspeak*). Bei weiterer Erhöhung der Normalkraft platten die Rauigkeiten im Kontaktbereich ab, vergrößern die Kontaktfläche und vollführen eine *Kaltverschweißung* in der Kontaktzone (Abb. 10.1). Durch die Scherbewegung kommt es weiterhin zu

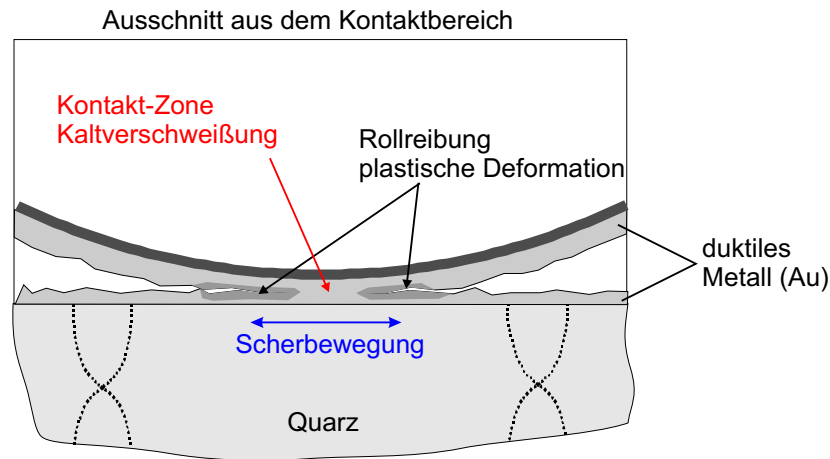


Abbildung 10.1: Kaltverschweißung und Rollreibung bei Metall–Metall Kontakten

Dissipation durch Rollreibung beziehungsweise plastische Deformation an den Rändern dieser Kontaktzone, allerdings in kleinerem Umfang als vor der Kaltverschweißung. Die Annäherung in den Kontakt ist schematisch in Abb. 10.2 dargestellt. Das Auftreten des Dämpfungspeaks (Abb. 3.8, 3.9) am Kontakt stellt die Dissipation durch plastische Deformation dar, die bei weiterer Annäherung durch die Kaltverschweißung verringert wird. Plastische Deformation an der Oberfläche ist häufig auch mit dissipativen Prozessen unterhalb der Oberflächen verbunden, die hier aber nicht weiter diskutiert werden sollen. Im Kontakt kommt es weiterhin wie in Abb. 3.9 dargestellt zu Dissipation durch Emission von Schallwellen, die mit der Kontaktfläche skaliert.

Bei einer Anregung der Quarzschwingung auf höheren Harmonischen sinkt die Schwingungsamplitude und somit auch die mechanische Auslenkung. Damit gibt es auch weniger plastische Deformation und es wird eine damit einhergehende Verringerung der Dissipation (Abnahme des Dämpfungspeaks) beobachtet (Abb. 7.2).

Die elastische Kraft verhält sich sublinear mit der Auslenkung (Abb. 8.5) und zeigt damit ein weiteres Indiz für die plastische Deformation im Kontaktbereich. Die bei der Kaltverschweißung an Haltepunkten festgehaltene Kontaktlinie muß bei der Separation wieder losgetrennt werden, was mit zusätzlicher Dissipation verbunden ist. Hinzu kommt die Eigenschaft von duktilen Metallen, bei der Separation "Fäden zu ziehen" (Abschnitt 2.4). Daher zeigt sich bei der Separation ein höherer Dämpfungspeak als bei der Adhäsion.

Bei Metall–Metall Kontakten zeigt die Reibungskraft eine *lineare Abhängigkeit von der Geschwindigkeit*, was sich deutlich von makroskopischer Gleitreibung nach Amontons un-

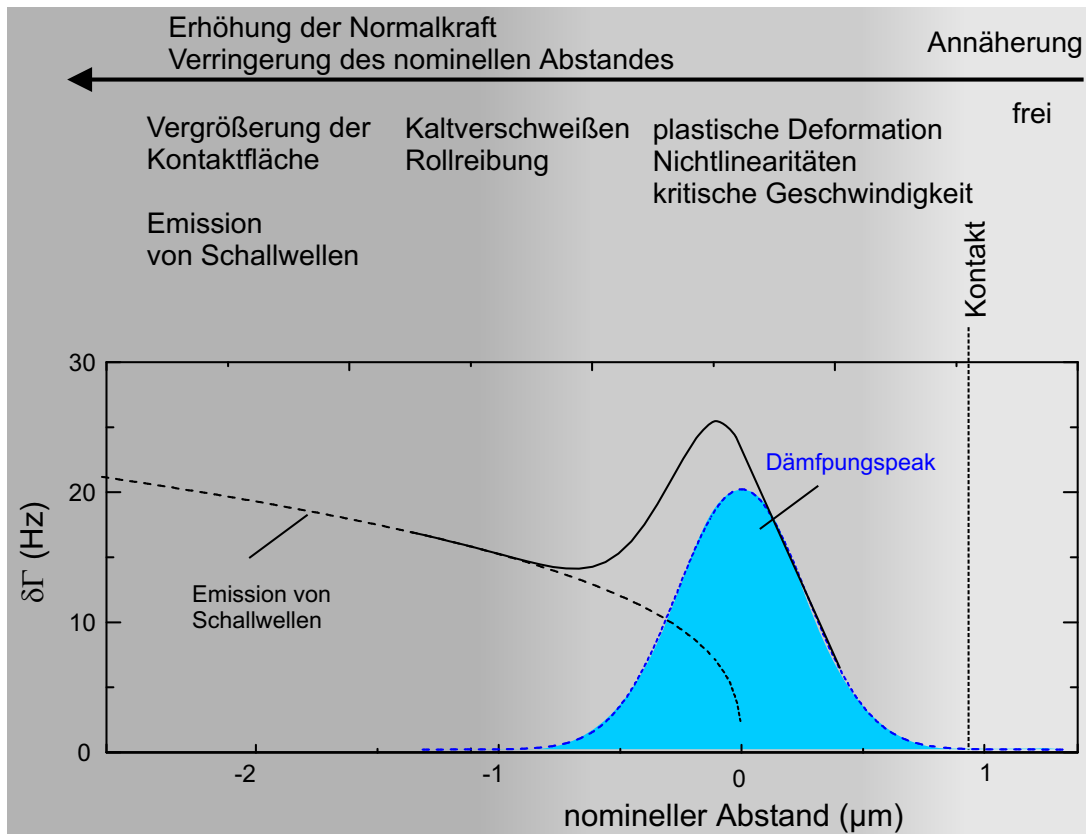


Abbildung 10.2: Kontakt, Dämpfungspeak, Kaltverschweißung und Rollreibung bei Metall–Metall Kontakten (schematisch)

terscheidet. Gerade bei beidseitigen Goldkontakten beginnt sie aber nicht im Ursprung, sondern steigt erst ab einer *kritischen Geschwindigkeit* an (Abb. 8.6). Im Bild der Kaltverschweißung stellt dies die Geschwindigkeit dar, die notwendig ist, um die Kontaktlinie von den Haltepunkten "loszureißen". Eine bewegliche Kontaktlinie unterliegt dann den Adhäsions–Separations-Zyklen durch die Scherbewegung im Bild der Rollreibung und dissipiert Energie durch plastische Deformation in den Regionen unmittelbar neben der kaltverschweißten zentralen Kontaktzone (dunkelgraue Bereiche in Abb. 10.1). Bei beidseitigen Metallkontakten ist die kritische Geschwindigkeit besonders hoch, weil hier die Kaltverschweißung direkt vonstatten gehen kann. Bei einseitigen Metall-Kontakten muß das Metall die andere Oberfläche (Glas, Abb. 8.6) zuerst benetzen und die kritische Geschwindigkeit ist niedriger. Bemerkenswert ist die Tatsache, daß die Reibungskraft im Kontakt zwar linear mit der Geschwindigkeit ansteigt, ihre Steigung im Kontakt aber nahezu konstant bleibt (Abb. 8.10), selbst wenn man die Normalkraft erhöht und dadurch die Kontaktfläche vergrößert. Die zentrale kaltverschweißte Zone unterliegt nicht

den Zyklen der plastischen Deformation und trägt nicht wesentlich zur Dissipation bei. Die Dissipation geschieht hauptsächlich an den Rändern dieser Zone, die den Adhäsions-Separations-Zyklen unterliegen (Abb. 10.1).

Das Kaltverschweißen kann verringert werden, indem eine Kontamination (Thiol-Schicht, Abschnitt 7.7) in die Kontaktfläche eingebracht wird. Während es weiterhin Anzeichen für plastische Deformation gibt, ist der Dämpfungspeak aber nur klein (Abb. 7.11) und es ist keine kritische Geschwindigkeit (Abb. 8.9) zu beobachten.

Kontakte mit Polymeren zeigen ebenfalls Charakteristika von plastischer Deformation (Abb. 8.11). Kontakte zwischen harten und spröden Oberflächen (beispielsweise Glas und Quarz) zeigen weder Anzeichen für plastische Deformation noch eine kritische Geschwindigkeit (Abschnitt 8.5), aber eine sublineare Geschwindigkeitsabhängigkeit der Reibungskraft. Es wurde auch kein Dämpfungspeak beobachtet (Abb. 7.6). Daraus kann geschlossen werden, daß es bei den harten Oberflächen nicht zu plastischer Deformation kommt und im Kontakt sehr viel weniger Energie dissipiert wird.

10.3 Spannungspfade in granularen Medien

Bei den Experimenten mit granularen Medien in Kapitel 9 wurden zwei grundsätzlich unterschiedliche Effekte beobachtet. Nach Zugabe von Material zeigt sich eine *exponentielle Relaxationsdynamik* mit einer charakteristischen Zeit in der Größenordnung von einer Minute (Abb. 9.8). Direkt nach der Zugabe beginnen sich Spannungspfade aufzubauen. Während der Relaxation kommt es zur Kompaktierung des Haufens, was mit einer Umstrukturierung der Spannungspfade verbunden ist. Während vor der Kompaktierung nur wenige Spannungspfade existieren, und der Vernetzungsgrad aufgrund der vielen Hohlräume gering ist, liegt nach der Kompaktierung ein enges Netzwerk von Spannungspfaden vor. Die exponentielle Abhängigkeit der Relaxation spricht gegen selbstorganisierte Kritikalität, da diese stets mit Potenzgesetzen verbunden ist und keine charakteristischen Zeiten oder Längen aufweist. Diese Beobachtung ist ein Argument für die Sichtweise, daß selbstorganisierte Kritikalität eine Konsequenz der Fragilität ist (Struktur \rightarrow Dynamik). Die Relaxationsdynamik nach der Zugabe von Körnern wird von der Zugabe selbst dominiert, und deren charakteristische Zeit wird von der Beschaffenheit der Körner beeinflusst. Es handelt sich nicht um den durch die Scherbewegung des Quarzes

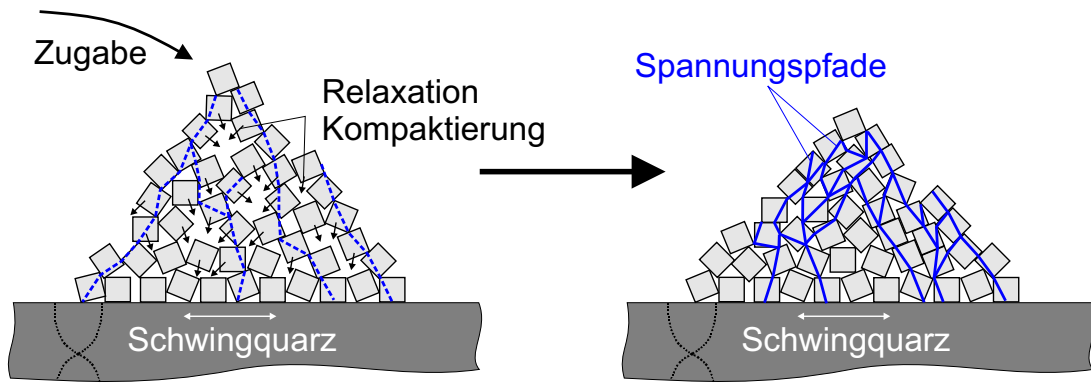


Abbildung 10.3: Relaxation und Kompaktierung beim Aufschütten von Haufen.

ausgelösten Zerfall eines metastabilen Zustandes. Der Quarz agiert hierbei hauptsächlich als Sensor.

Eine andere Rolle spielt die Quarzschwingung bei den stabilen Plateaus, die sich nach Abschluß der Relaxation durch die Zugabe von Körnern ausbilden, und sich auch über Stunden nicht meßbar verändern. Die Ergebnisse der nichtlinearen Analyse zeigen bei

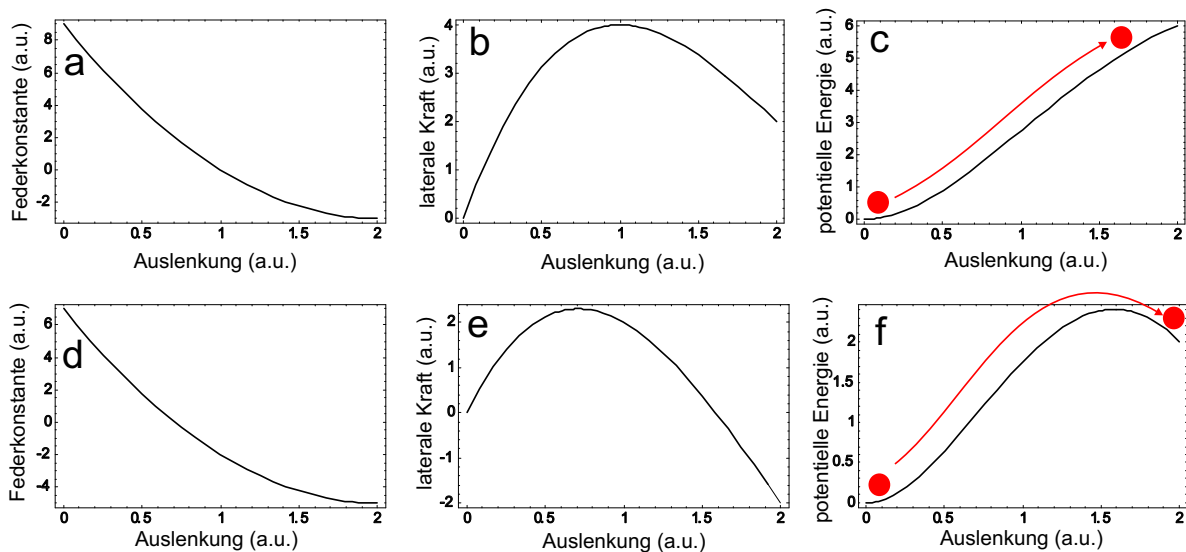


Abbildung 10.4: Differentielle Federkonstante, laterale Kraft und potentielle Energie (schematisch). Bei (a-c) hat die elastische Kraft ein Maximum, die Potentialbarriere wird allerdings nicht überwunden. Bei (d-f) ist die elastische Kraft hinter dem Maximum kleiner als im Ursprung, was mit einer Überwindung einer Potentialbarriere verbunden ist (f).

der Abhängigkeit der elastischen Kraft von der Auslenkung (Abb. 9.4, Abb. 9.6, Abb. 9.9) eine *Instabilität bezüglich Scherung*. Mit Instabilität ist gemeint, daß die elastische Kraft zunächst mit der Auslenkung ansteigt, dann aber wieder abfällt (Salzkörner, Abb.

9.6 oben links, bzw. schematisch in Abb. 10.4). Die differentielle Federkonstante ist erst positiv und wird ab einer bestimmten Auslenkung negativ (Abb. 10.4a). Das Auftreten eines Maximums in der elastischen Kraft bedeutet im Potentialbild, daß die Steigung des Potentials mit der Auslenkung zuerst zunimmt, und dann wieder abnimmt (Abb. 10.4c). Eine solche Abnahme der Steigung des Potentials deutet auf das Erreichen des Maximums einer Potentialbarriere hin. Dabei ist nicht ganz klar, ob die Potentialbarriere wirklich überwunden wird. Ist die elastische Kraft wie bei den Salzkörnern in Abb. 9.4 bei maximaler Auslenkung kleiner als im Ursprung, bedeutet dies, daß die Potentialbarriere überwunden wurde (Abb. 10.4f). Hierin unterscheiden sich auch die eckigen Salzkörner von den runden Glaskugeln, da gerade bei den Salzkörnern (Abb. 9.4) die Potentialbarriere überwunden wird, während dies bei den großen und kleinen Glaskugeln nicht so deutlich auftritt (Abb. 9.6, Abb. 9.9). Ein aufgeschütteter Haufen ist im thermodynamischen Sinn nicht im Gleichgewicht, sondern *fragil*, besonders wenn er aus nicht-sphärischen Körnern besteht. In der potentiellen Energie des Haufens kann das Verhalten vom Aufschütten

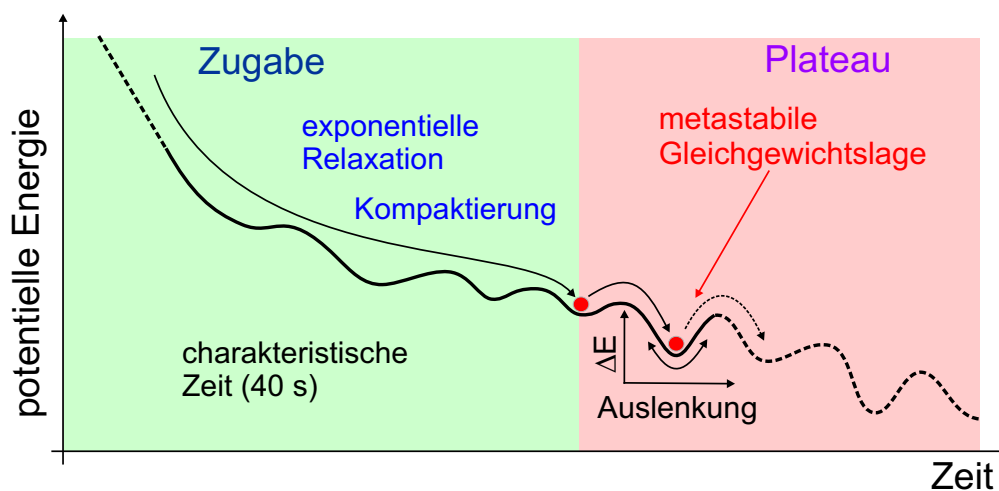


Abbildung 10.5: Dynamik vom Aufschütten bis zu den Plateaus im Potentialbild

bis zur Relaxation auf den Plateaus durch ein Potential mit mehreren Potentialmulden ausgedrückt werden kann (Abb. 10.5). Dieses Diagramm beschreibt die Zeitentwicklung des Haufens nur schematisch, da sich während der Relaxationen das Potential durch die Kompaktierung und die Aus- und Umbildung von Spannungspfaden ständig ändert. Betrachtet man die Plateaus nach Abschluß der Relaxation nach der Zugabe, so stellt die Quarschwingung selbst eine kleine Störung des Systems dar. Zunächst bewirkt die Scherung des Quarzes nur einen Anstieg der elastischen Kräfte. Ab einer bestimmten Aus-

lenkung kommt es jedoch zu mikroskopischen Umorientierungen der Körner, was sich in einem Abfall der elastischen Kraft bemerkbar macht. Anschaulich zeigt sich hier das Bild eines Haufens, bei dem sich (auf den Plateaus) durch leichtes Rütteln an der Unterseite die Vibrationen durch die Spannungspfade auf den ganzen Haufen übertragen. Durch die Vibrationen werden die relativen Orientierungen der einzelnen Körner im ganzen Haufen geringfügig beeinflusst (Abb. 10.6).

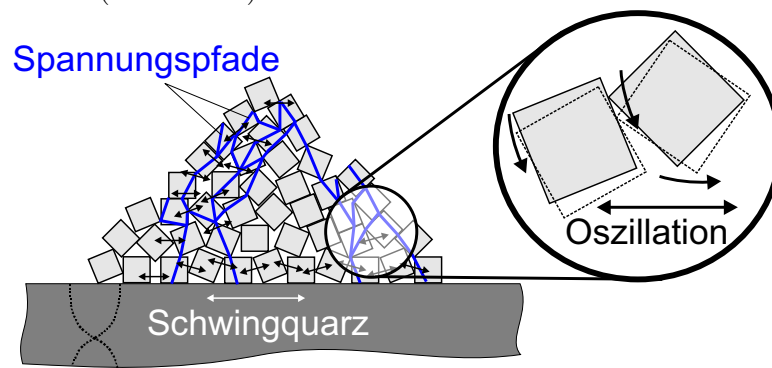


Abbildung 10.6: Salzkörner auf dem Schwingquarz: Dynamik auf den metastabilen Plateaus.

Diese Umorientierung beginnt erst ab einer kritischen Auslenkung, was im Potentialmuldenbild (Abb. 10.5) durch die Potentialbarrieren ausgedrückt wird. Die Dynamik der Umorientierung findet nur auf *mikroskopischer* Skala statt und stoppt nach jedem Oszillationszyklus gleich wieder. Es werden dabei *keine* makroskopischen Lawinen ausgelöst, vielmehr bleibt die Topologie der Kontakte im Haufen unverändert. Die Potentialmulden sind besonders bei kubischen Körnern teilweise so flach, daß eine Vibration im nm-Bereich genügend elastische Energie zur Überwindung einer Barriere aufbringen kann und das System in die nächste Potentialmulde führt (Abb. 9.4). Die anschließende Dynamik stoppt allerdings gleich wieder, so daß es nicht zu einer makroskopischen Dynamik kommt. Dafür gibt es zwei mögliche Erklärungen, die sich gegenseitig nicht ausschließen: (A) Die durch die Dynamik freigesetzte kinetische Energie ist nur klein und wird gleich wieder dissipiert, so daß die nächste Potentialbarriere nicht überwunden werden kann. Bei der Zugabe hingegen ist genügend kinetische Energie vorhanden, so daß bei der Kompaktierung immer mehrere Potentialmulden übersprungen werden können, was sich experimentell dadurch ausdrückt, daß bei der Zugabe keine Scher-Instabilität beobachtet wird. (B) Bei der Zugabe zeigt das System innere Zeitkonstanten, während es bei der Relaxation auf den stabilen Plateaus aufgrund der hohen Frequenz des Quarzes zu einer Unterdrückung sämtlicher

innerer Zeitkonstanten des Haufens kommt. Die Dynamik wird immer kurzzeitig ange-
regt, durch den Oszillationszyklus des Quarzes aber auch gleich wieder gestoppt.

Durch die Dissipation von Energie ist bei der Dynamik keine Zeitumkehrinvarianz gegeben, was in dem Potentialmuldenbild durch den Abfall des Potentials mit der Zeit ausgedrückt wird. Wenn das System wie bei den kubischen Salzkörnern die Potentialbarrieren überwinden kann, so nähert es sich dabei seinem Gleichgewicht. Diese Annäherung an das Gleichgewicht ist aber so klein, daß sie makroskopisch nicht sichtbar ist. Der Haufen bleibt auch über Stunden in diesem *fragilen* Zustand, ohne dabei makroskopische Veränderungen zu zeigen. Im Potentialmuldenbild in Abb. 10.5 wird dies durch eine Abfolge sehr vieler Potentialmulden ausgedrückt. Es ist schwierig, für solch einen Haufen einen *Gleichgewichtszustand* überhaupt zu definieren. Mögliche Kriterien sind eine Unempfindlichkeit gegenüber Störungen oder der Ordnungszustand. Die Unterschiede bei der Überwindung

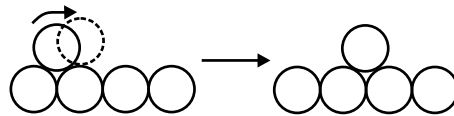


Abbildung 10.7: Bei einem Haufen idealer Kugeln ist für eine dauerhafte Deformation mindestens eine Auslenkung größer als der Kugelradius notwendig.

von Potentialbarrieren zwischen Kugeln und kubischen Körnern können durch die folgenden Betrachtungen erklärt werden: Ideale Kugeln würden sich im Gleichgewicht zu einem hexagonalen Gitter anordnen, das mit seiner Translationsinvarianz Eigenschaften eines Kristalls aufweist. Vergleicht man solch einen "Kristall" und einen Sandhaufen hinsichtlich Stabilität gegen Störungen miteinander, so wären beim "Kristall" zur dauerhaften Veränderung der Struktur wesentlich größere Störungen notwendig als eine Vibration mit nm-Auslenkungen, die in Haufen mit kubischen Körnern relative Teilchenorientierungen und damit Spannungspfade verändern können (Abb. 10.6). Um solch einen "Kristall" dauerhaft zu deformieren, müßte man vielmehr wie im Cobblestone-Modell in Abb. 2.7 eine Kugel soweit anheben, daß sie über die darunterliegende Ebene eine Position weiter rollen kann, was aber ähnlich dem "Versetzungsklettern" (Abb. 2.12) mit Auslenkungen von mehr als dem Kugelradius verbunden wäre (Abb. 10.7) und eine Änderung der Topologie nach sich zieht. Das bedeutet, daß bei Haufen aus Kugeln die Potentialbarrieren höher sind als bei Haufen aus kubischen Körnern.

11. Lateral-gekoppelte Quarz-Resonatoren

Dieses Kapitel stellt einen separaten Abschnitt dar, der thematisch mit den vorherigen Kapiteln nur durch die Verwendung von Quarzresonatoren in Verbindung steht. Hierbei wird die Kopplung von zwei Quarzresonatoren auf derselben Quarzscheibe untersucht und das Bild der gekoppelten Pendel als Modell zur theoretischen Beschreibung diskutiert. Es sollen so die Grundlagen für die Konstruktion von Sensoren mit integriertem Referenzsensor und Multi-Element-Arrays gelegt werden.

Quarzresonatoren werden häufig dazu verwendet, um die physikalischen Eigenschaften dünner Schichten zu bestimmen, die auf ihre Oberfläche aufgebracht werden [Joh99, LS84]. So kann die spezifische Adsorption einer Substanz an eine geeignet beschichtete Quarzoberfläche mittels der Verschiebung der Resonanzfrequenz [RBG97] quantifiziert werden. Da die Resonanzen der Dicken-Scher-Schwinger extrem scharf sind, läßt sich die abgeschiedene Masse auf der Quarzoberfläche sehr genau bestimmen. In der Praxis ist die Genauigkeit aber oft durch Umwelteinflüsse wie Temperatur, Viskosität oder hydrostatischen Druck des umgebenden Mediums limitiert. Diese ungewünschten Einflüsse können leicht die gleiche Größenordnung erreichen wie der zu messende Effekt durch die abgeschiedene Masse des Analyts. Es ist auch oft nicht möglich, die Umwelteinflüsse konstant zu halten: Mit einigem Aufwand kann man in einer Durchflußzelle die Temperatur konstant halten, aber die Viskosität ändert sich mit der Konzentration des Analyts oder anderer chemischer Komponenten. Um diese Einflüsse von denen der abgeschiedenen Masse zu unterscheiden, kann ein (unbeschichteter) Referenzsensor benutzt werden, der denselben Umweltbedingungen ausgesetzt ist wie der Probensensor. Das gleiche Konzept kann auch dazu benutzt werden, um spezifische Adsorption eines Analyten an funktionalisierte Oberflächen von der unspezifischen Adsorption zu unterscheiden.

Eine Anordnung zweier Elektroden auf einem Quarzkristall (Abb. 11.1) ermöglicht einen sehr geringen Abstand zwischen Sensor und Referenz [BJ01]. Hierbei ist auch eine An-

wendung mit unterschiedlichen Oberflächenfunktionalisierungen einfach realisierbar. Im einfachsten Fall sind die zwei Elektrodenpaare so weit voneinander entfernt, daß die Resonatoren nicht miteinander koppeln. Dann können die Resonanzfrequenzen jedes Resonators einzeln für sich mit zwei getrennten elektronischen Kanälen [SLNJ00] bestimmt werden. Dabei ist der Referenzsensor durch seine Nähe zum Probensensor sehr zuverlässig, da Temperaturunterschiede sehr schnell ausgeglichen werden können.

Interessantere und möglicherweise nützliche Eigenschaften entstehen bei einem geringeren Abstand zwischen den Elektrodenpaaren, wenn eine schwache laterale Kopplung zwischen den beiden Resonanzkreisen eintritt. Im Folgenden wird diese schwache laterale Kopplung genauer untersucht und ein Beispiel für eine Sensoranwendung gegeben.

11.1 Experimenteller Aufbau

Die Messungen wurden mit 5 MHz Quarzen im AT-Schnitt (MaxTek, Torrance, CA) durchgeführt. Beide Oberflächen waren flach und in optischer Qualität poliert. Die Elektroden wurden durch thermisches Aufdampfen von 60–100 nm Gold durch eine Bedampfungsmaske auf die Quarzscheiben hergestellt. Die beiden Elektrodenpaare stellen zwei

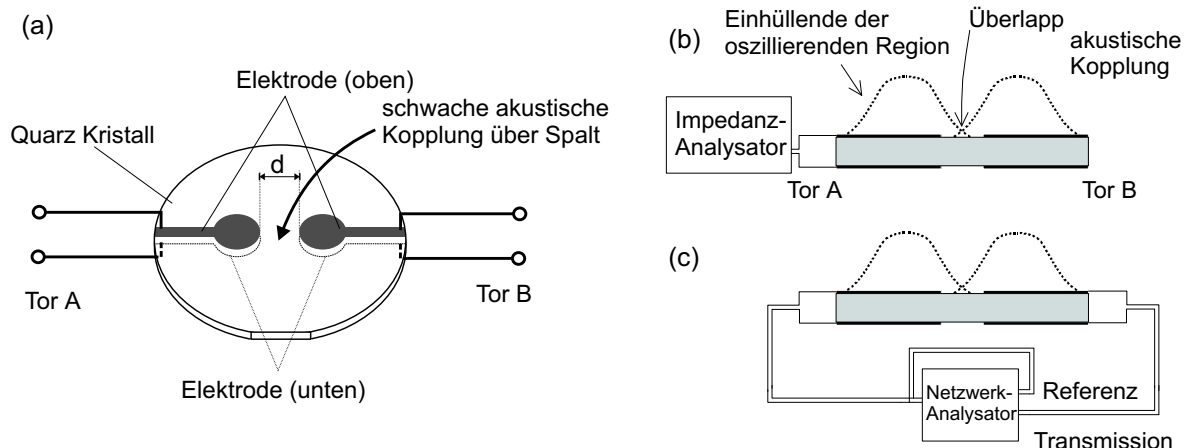


Abbildung 11.1: (a) Quarz Kristall mit 2 Elektrodenpaaren. Messmodi: (b) Impedanz-Messung: Jeweils ein Tor ist an den Impedanzanalysator angeschlossen. (c) Transmissions-Messung: Die Transmission durch das gekoppelte System (S_{21}) wird im Netzwerk-Modus gemessen.

elektro-mechanische Resonatoren dar (Abb. 11.1). Die Elektroden besitzen Schlüsselloch-Form, um mittels Energy-Trapping [Bot82] die Schwingungsamplitude auf den Elektro-

denbereich zu konzentrieren. Diese Konfiguration kann bezüglich der Amplitudenverteilung in der Quarzscheibe noch weiter optimiert werden, wenn man die Anschlußbahnen der Elektroden zum Rand hin auf der Ober- und Unterseite der Quarzscheibe versetzt anbringt. Aufgrund einer komplizierteren Kontaktierung wurde in dieser Arbeit allerdings darauf verzichtet. Die Amplitude der Schwingung fällt (lateral) exponentiell mit dem Abstand von einer Elektrode ab. Wenn sich die schwingenden Bereiche der beiden Elektrodenpaare leicht überlappen, kommt es zur Kopplung zwischen den beiden Resonatoren. Hierbei kann erwartet werden, daß die Kopplung mit wachsendem Abstand d kleiner wird. In dieser Arbeit wurde der Abstand d zwischen 1.8 und 4.5 mm variiert. Ein effektives Entkoppeln kann auch dadurch erreicht werden, daß man die Resonatoren ausreichend gegeneinander verstimmt, zum Beispiel durch unterschiedliche Elektrodendicke. Die Resonanzparameter wurden passiv mit einem HP 4195A Netzwerkanalysator bestimmt. Im Impedanzmodus wurde die Leitfähigkeit $G(f)$ zwischen den individuellen Elektrodenpaaren (Abb. 11.1b) und im Netzwerkmodus die Transmission (Abb. 11.1c) durch das gekoppelte System ("S₂₁") gemessen [MG92].

11.2 Impedanz- und Transmissionspektren

11.2.1 Verstimmte Resonatoren

Zuerst wird der Fall diskutiert, bei dem sich die Resonanzfrequenzen der beiden Resonatoren stark voneinander unterscheiden. Dies wird experimentell durch unterschiedliche Elektrodendicken realisiert. In Abb. 11.2 a und b ist die Leitfähigkeit $G(f)$ der beiden einzelnen Tore als Funktion der Frequenz f dargestellt. Die Gold Elektroden waren 100 nm dick, auf einer Elektrode war ein 102 nm dicker Dextranfilm aufgebracht. Der laterale Abstand zwischen den Elektroden betrug $d = 3$ mm und der Elektrodenradius 3 mm. Die beiden Leitfähigkeitsspektren in Abb. 11.2 a und b werden jeweils durch einen einzelnen Peak dominiert. Dieser resultiert jeweils von dem Resonator des Tors, an dem gerade gemessen wird. Bei starker Vergrößerung wird der Peak des anderen Tors jedoch auch sichtbar. Beide Resonanzen können aber auch gleichzeitig und bei fast gleicher Peakhöhe im Netzwerkmodus gemessen werden (Abb. 11.2 c). Obwohl die Transmission klein ist, werden die Resonanzen trotzdem mit hoher Genauigkeit bestimmt, da die Messung frei von Untergrund ist. Die in den verschiedenen Modi bestimmten Resonanzfrequenzen

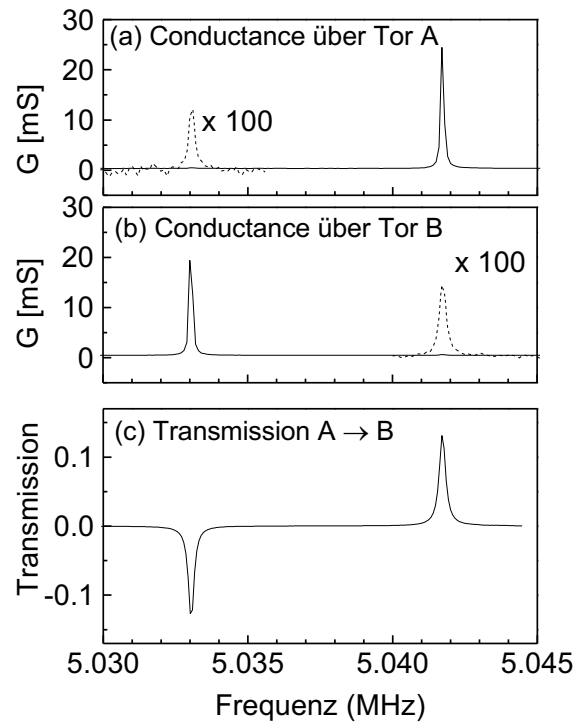


Abbildung 11.2: Typische Daten für ein schwach gekoppeltes System bei gegeneinander verstimmt Resonatoren. ($d=3$ mm lateraler Elektrodenabstand, 100 nm dicke Goldelektroden, 102 nm dicker Dextranfilm auf einer Elektrode). Im Impedanzmodus (b in Abb. 11.1) wird das Leitfähigkeitsspektrum $G(f)$ stark durch den Resonator bestimmt, der direkt an den Impedanzanalysator angeschlossen ist. Die andere Resonanz ist fast nicht beobachtbar. Im Transmissionmodus (c in Abb. 11.1) erscheinen beide Resonanzen fast gleich stark.

stimmen mit einer relativen Genauigkeit von $\delta f/f \sim 10^{-6}$ überein. Die Transmission hat für die zwei Resonanzen verschiedene Vorzeichen, da sich bei der Resonanz mit der niedrigeren Frequenz beide Resonatoren parallel und bei der Resonanz mit der höheren Frequenz die Resonatoren antiparallel bewegen. Aus der parallelen Resonanz resultiert in Transmission eine negative Amplitude, weil in Resonanz eine Phasenverschiebung von 90° zwischen dem anregenden elektrischen Signal und der mechanischen Antwort eintritt. Die gleiche Phasenverschiebung tritt zwischen der mechanischen Bewegung und der emittierten Sekundärwelle auf, wodurch sich die gesamte Phasenverschiebung zwischen der primären und sekundären elektrischen Welle insgesamt zu 180° aufaddiert. Bei der höheren Resonanz wird diese Phasenverschiebung durch die antiparallele Bewegung kompensiert.

11.2.2 Symmetrische Konfiguration

Selbst wenn der laterale Abstand d zwischen den Elektrodenpaaren klein ist, ist die Resonanzfrequenz des einzelnen Resonators weitgehend unbeeinflusst vom zweiten Resonator, solange beide Resonatoren nur genügend verstimmt sind. Wenn aber die Resonanzfrequenzen beider Resonatoren eng beieinanderliegen, tritt die bekannte Aufspaltung in eine parallele und eine antiparallele Resonanz auf [LL90]. Wenn man die Eigenfrequenz des einen Resonators kontinuierlich über die des anderen Resonators hinweg verändert, überschneiden sich die Resonanzfrequenzen des gekoppelten Systems niemals.

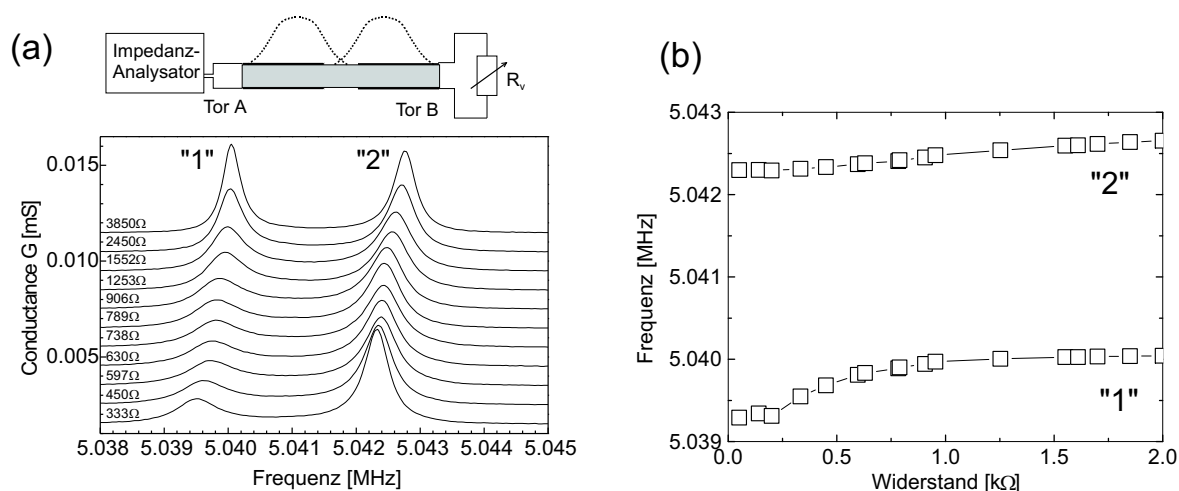


Abbildung 11.3: (a) Modenaufspaltung für ein schwach gekoppeltes System ($f_A \approx f_B$, 2.5 mm lateraler Elektrodenabstand). Wenn die Frequenz f_B über f_A (bleibt konstant) hinweg mittels des variablen Abschlußwiderstandes R_ν durchgestimmt wird, dann passiert das System den symmetrischen Fall. (b) Die Resonanzfrequenzen des gekoppelten Systems überschneiden sich dabei niemals. In der symmetrischen Situation können die zwei Peaks der parallelen und antiparallelen Bewegung der beiden Resonatoren zugeordnet werden.

Dieses Verhalten kann experimentell in der Konfiguration im oberen Bereich von Abb. 11.3 demonstriert werden. Die Messung erfolgt durch Messung der Impedanz an Tor A während Tor B über den variablen Abschlußwiderstand R_ν kurzgeschlossen ist. Dieser Abschlußwiderstand beeinflusst die Steifigkeit der Quarz-Platte durch "piezoelektrische Versteifung". Weil die "offenen" und "kurzgeschlossenen" piezoelektrischen Konstanten piezoelektrischer Materialien unterschiedlich sind [Thu84], kann die Resonanzfrequenz auf elektrischem Wege über einen Bereich von $\delta f/f \sim 10^{-4}$ verstimmt werden. Dies genügt,

um die Modenaufspaltung zu demonstrieren. Der Abschlußwiderstand hat dabei den gleichen Effekt wie eine Beladung der Quarzoberfläche mit Masse. Er hat nichts mit dem Widerstand des Quarzes am Resonanzpeak zu tun, welcher häufig benutzt wird, um viskose Dissipation zu quantifizieren. Der oberste Datensatz in Abb. 11.3 stellt eine leicht asymmetrische Konfiguration ($f_A > f_B$) dar. Die Resonanzfrequenz des (hypothetisch) isolierten Resonators B, f_B , ist größer als die des (hypothetisch) isolierten Resonators A, f_A . Beide Resonanzen liegen aber so eng beieinander, daß die Eigenmoden (mit "1" und "2" gekennzeichnet) des gekoppelten Systems nicht durch lokalisierten Bewegungen, sondern durch kooperative Bewegungen beider Resonatoren bestimmt werden. Die anderen Datensätze in Abb. 11.3 zeigen die Leitfähigkeitsspektren für schrittweise veränderte Werte des Abschlußwiderstandes R_ν . Die symmetrische Situation ($f_A = f_B$) wird hier erreicht, wenn der Abschlußwiderstand R_ν ungefähr 2000Ω beträgt. In der perfekt symmetrischen Situation sind beide Peaks gleich groß, da dann beide Resonatoren mit gleicher Amplitude schwingen. Die niedrigere und die höhere Frequenz, f_1 und f_2 , stellen die parallele und die antiparallele Bewegung dar. Bei sehr kleinen Abschlußwiderständen hat sich die Asymmetrie gerade umgekehrt. Die Resonanz, die hauptsächlich bei Resonator A lokalisiert ist (an Tor A, das mit dem Impedanzanalysator verbunden ist), hat die größere elektrische Amplitude. In Abb. 11.3 werden die Resonanzfrequenzen als Funktion des Abschlußwiderstandes dargestellt. Um diese experimentell gewonnenen Daten mit einem theoretischen Modell zu vergleichen, sollten die Resonanzparameter des zusammengesetzten Resonators gegen die Frequenzen des (isolierten) Resonators B, f_B , aufgetragen werden. Es gab im durchgeführten Experiment jedoch keine Möglichkeit, f_b direkt aus R_ν zu bestimmen. Daher werden in Abb. 11.4 die Resonanzparameter gegen das arithmetische Mittel der beiden Resonanzen $1/2(f_1 + f_2)$ aufgetragen. Aus dem Ersatzschaltbild in Abb. 11.5 geht hervor, daß diese Frequenz $\approx 1/2(f_A + f_B)$ ist, und da f_A konstant bleibt, ist sie ein gutes Maß für die Frequenz des durchgestimmten Resonators B. Qualitativ stimmt das Verhalten sehr gut mit der Phänomenologie der gekoppelten Pendel überein. Dies kann im Folgenden zusammengefaßt werden:

- Die Resonanzfrequenzen des zusammengesetzten Resonators überschneiden sich nie. In der symmetrischen Situation ($f_A \approx f_B$) gibt es eine Aufspaltung mit einer Breite von $f_c = f_2 - f_1$, welche ein Maß für die Kopplungsstärke darstellt. Beide Resona-

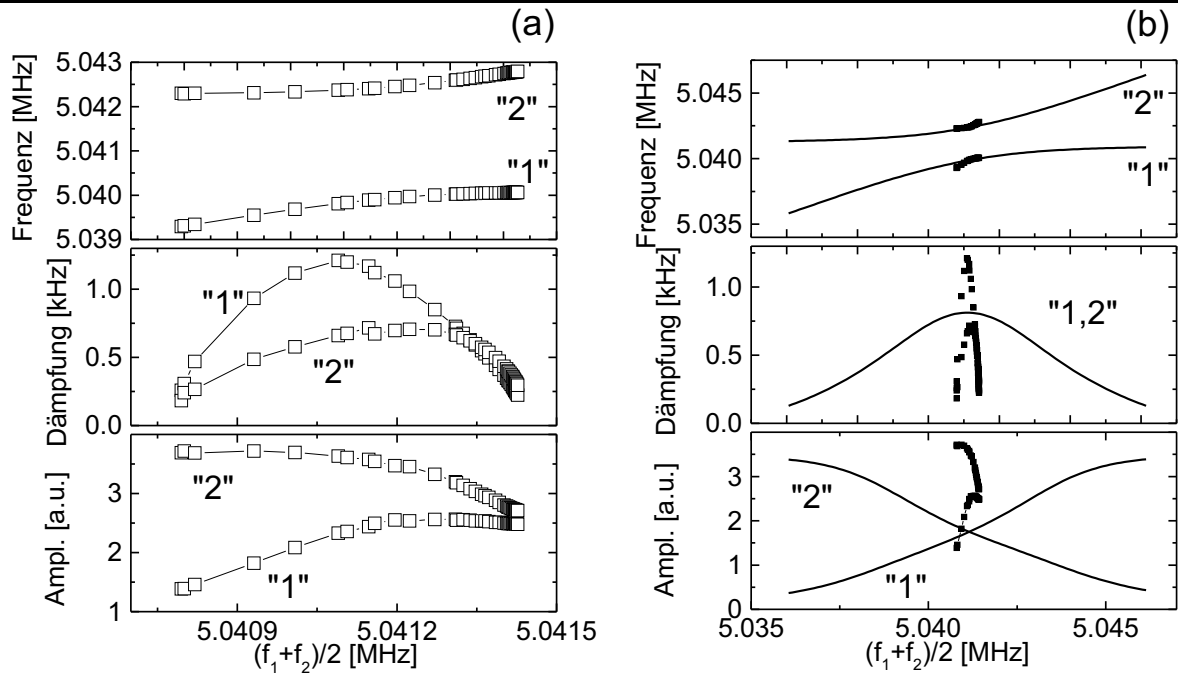


Abbildung 11.4: Resonanzfrequenzen, Dämpfung und Amplitude der Resonanzen "1" und "2" als Funktion des arithmetischen Mittels der Resonanzfrequenzen $1/2(f_1 + f_2)$. Das Modell der gekoppelten Resonatoren liefert $1/2(f_1 + f_2) \approx 1/2(f_A + f_B)$. Da f_A konstant bleibt, ist das arithmetische Mittel ein gutes Maß für f_B . (a) Meßdaten aus 11.2. (b) Meßdaten mit dem Modell der gekoppelten Pendel gefittet. Die Fit-Parameter sind $f_A = 5.041$ MHz und $f_c = 2.5 \cdot (1 + 0.8i)$ kHz. Die experimentellen Daten aus (a) (als Punkte eingezeichnet) werden nur qualitativ reproduziert. Die Breite der Frequenzen, bei denen Kopplung stattfindet, ist enger als im Experiment.

toren werden an beiden Resonanzfrequenzen zur Schwingung angeregt. Die niedrigere und die höhere Resonanzfrequenz haben beziehungsweise antiparallele Kopplung.

- Die Bandbreite beider Resonatoren geht nahe der symmetrischen Situation durch ein Maximum, wo starke Kopplung auftritt. Offensichtlich ist Kopplung mit Dissipation verbunden. Dies kann man sich dadurch erklären, daß beide Moden mit gleich großer Amplitude an beiden Resonatoren ein kompliziertes Schwingungsmuster haben. Diese Komplexität ermöglicht Energieübertragung in andere Quarzmoden, zum Beispiel in Biegungen der Quarzplatten, wodurch Abstrahlung von longitudinalen Schallwellen möglich wird und damit Energie dissipiert wird.
- Die Amplitude der Schwingung variiert. Wenn f_B zunimmt, dann nimmt die Amplitude der Resonanz "1" auch zu, während die Amplitude der Resonanz "2" abnimmt.

Dies spiegelt die relativen Beiträge von Resonator A zu den Moden "1" und "2" wieder.

11.3 Elektrischer Ersatzschaltkreis

Das qualitative Verhalten des zusammengesetzten Resonators stimmt mit den Erwartungen vom Bild der gekoppelten Pendel überein. Daher wird diese Analogie auch benutzt, um den zusammengesetzten Resonator durch einen elektrischen Ersatzschaltkreis zu beschreiben. Üblicherweise werden die elektro-mechanischen Eigenschaften eines isolierten Dicken-Scher-Resonators in der Nähe der Resonanz durch den Butterworth–van Dyke [Thu84] Schaltkreis beschrieben. Der akustische Zweig des Resonators wird durch eine (mechanische) Induktivität L_1 , eine (mechanische) Kapazität C_1 und einen (mechanischen) Widerstand R_1 beschrieben. Seine Resonanzparameter können durch die Variablen $\omega_0 = 2\pi f_0 = (L_1 C_1)^{-1/2}$ (Resonanzfrequenz), $Z_0 = (L_1/C_1)^{1/2}$ (Resonanzimpedanz) und $Q = 2\pi Z_0/R_1$ ausgedrückt werden. C_0 repräsentiert die elektrische Kapazität der Elektroden. In Abb. 11.5 wird der einfachste Weg, zwei solche Butterworth–van Dyke

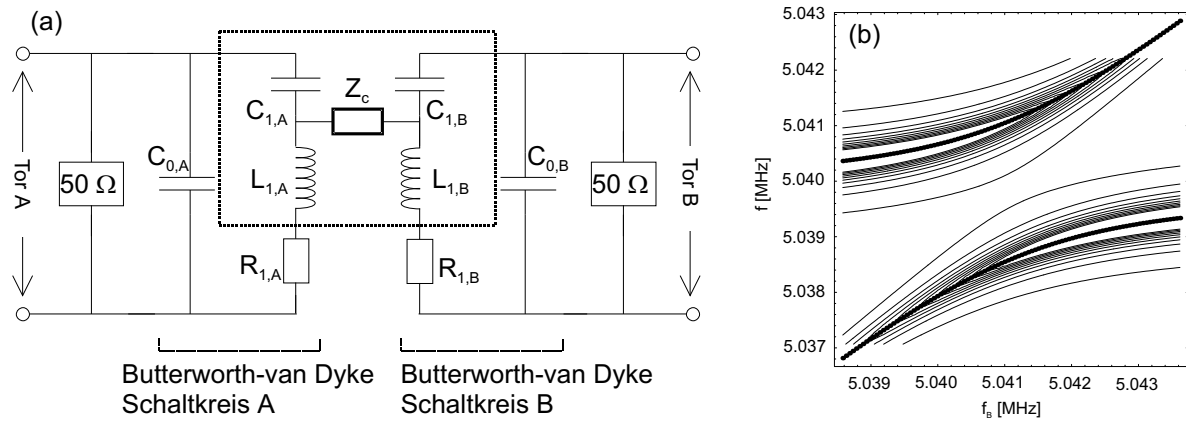


Abbildung 11.5: (a) Zwei über die Kopplungsimpedanz Z_C gekoppelte Butterworth–van Dyke Resonatoren. Der Teil-Schaltkreis in gestrichelten Linien, dessen Resonanzverhalten analytisch bestimmt werden kann, ist das elektrische Analogon zu den gekoppelten Pendeln. (b) Konturplot der Leitfähigkeit $G(f, f_B)$ an Tor A für eine variable Frequenz f_B von Resonator B nach dem Ersatzschaltbild in (a) berechnet. Dabei war Tor B mit einem 50Ω Widerstand kurzgeschlossen. Die beiden dicken Linien sind die Resonanzfrequenzen, berechnet mit Gleichung 11.1

Schaltkreise zusammenzukoppeln, dargestellt. Die Kopplung geschieht dabei über den

Kopplungswiderstand Z_c . In einer elektrischen Darstellung wird für Z_c eine Kopplungskapazität gewählt. Da der Knoten, an dem die Kopplung stattfindet, in der Mitte des Serien-Resonanzkreises plaziert ist, wird der Strom durch Z_c sehr groß, wenn entweder der Sender oder der Empfänger in Resonanz sind.

Wenn man die Kirchhoff'schen Gesetze auf den gesamten Schaltkreis in Abb. 11.5a anwendet, dann kann die Leitfähigkeit an Tor A direkt berechnet werden. In Abb. 11.5b wird das Ergebnis solch einer Rechnung als Konturplot dargestellt. Die Leitfähigkeitsspektren sind vertikale Schnitte durch diesen Plot. Die beiden Bänder stellen die Resonanz-Peaks dar. Betrachtet man sich nur den zentralen Teil des elektrischen Ersatzschaltbildes (ge-

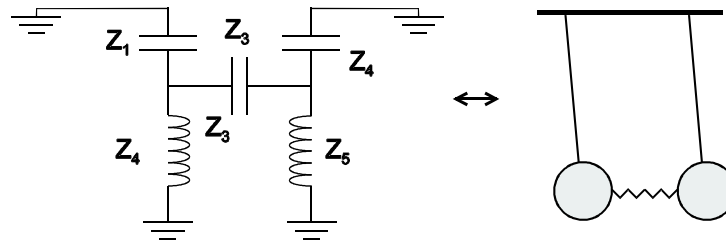


Abbildung 11.6: Zentraler Teil des Ersatzschaltbildes von Abb. 11.5. Dieser Schaltkreis ist das elektrische Analogon zu den gekoppelten Pendeln.

strichelte Linien in Abb. 11.5, Abb. 11.6), dann können die Resonanzfrequenzen der Moden "1" und "2" analytisch approximiert werden. Die recht technische Rechnung wird in Abschnitt 11.4 dargestellt. Die Resonanzfrequenzen der Moden "1" und "2" ergeben sich zu

$$f_{1,2}^2 = \frac{1}{2} \frac{\beta \pm \sqrt{\beta^2 - 4f_A^3 f_B^3 \alpha}}{\alpha} \quad (11.1)$$

$$\alpha = f_A f_B + f_c (f_A + f_B) \quad \beta = f_A f_B ((f_A^2 + f_B^2) + f_c (f_A + f_B))$$

wobei f_A und f_B die Resonanzfrequenzen der individuellen Resonatoren sind. Die Frequenz f_c quantifiziert die Kopplungsstärke. Sie ist als $f_c = (f_A f_B / f) (L_1 / C_1)^{1/2} / Z_c$ definiert. In der symmetrischen Situation ($f_A = f_B$) unterscheiden sich die parallele und die antiparallele Resonanz um die Frequenz f_c . Die dicken Linien in Abb. 11.5 sind die Resonanzfrequenzen des gekoppelten Systems, wie sie sich nach Gleichung 11.1 ergeben. Sie stimmen mit den Maxima der Leitfähigkeit sehr gut überein.

Abb. 11.4 zeigt den Versuch der Reproduktion der experimentellen Daten von Abb. 11.4

durch eine Rechnung mit Gleichung 11.1 nach dem elektrischen Ersatzschaltbild (Abb. 11.5). Es ist ersichtlich, daß es signifikante quantitative Abweichungen zwischen dem Modell und den experimentellen Daten gibt. Dies betrifft besonders die Breite der Region, in der die Kopplung stark ist. Mit dieser Region sind diejenigen Frequenzen gemeint, bei denen die Moden über beide Elektroden verteilt sind. Nach dem einfachen Modell der gekoppelten Resonatoren sollte diese Region ungefähr genauso breit sein wie die Kopplungsfrequenz f_c , welche ja durch die Aufspaltung zwischen paralleler und antiparalleler Resonanz fixiert ist. Sowohl die Bandbreiten als auch die Amplituden deuten darauf hin, daß im Experiment die Region mit Kopplung sehr viel kleiner als f_c ist. Das einfache Modell mit einer Kopplung durch eine Kopplungsimpedanz liefert keine quantitative Übereinstimmung mit dem Experiment. Eine mögliche Ursache liegt in der Einfachheit des Modells, mit dem ja die komplizierte dreidimensionale Amplitudenverteilung der Moden auf der Quarzplatte nur sehr unzureichend beschrieben wird. Dies betrifft auch die Kopplung bei Obertönen, die experimentell nicht in überzeugender Weise gemessen werden konnte. Bei den Obertönen ist dieses Schwingungsmuster noch sehr viel komplizierter. Eine Variation des lateralen Elektrodenabstandes beeinflusst hauptsächlich die

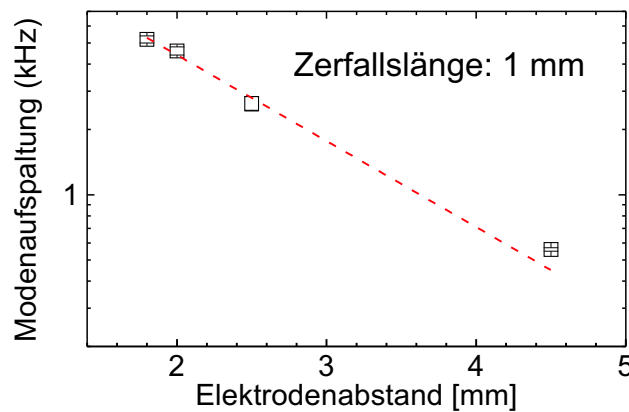


Abbildung 11.7: Kopplungsparameter f_c als Funktion des Elektrodenabstandes d für unbeschichtete Quarze auf einer logarithmischen Skala. Der Fit mit einer Exponentialfunktion (gestrichelte Linie) deutet an, daß der evaneszente Teil der Schwingung außerhalb der Elektroden eine Länge von etwa 1 mm hat.

Kopplungsstärke, welche ihrerseits direkt die Frequenzaufspaltung zwischen den Peaks beeinflusst (Abb. 11.3, 11.3, 11.4). Die Aufspaltung in der symmetrischen Situation ist ein gutes Maß für die Kopplungsstärke und zudem experimentell einfach zugänglich. Für

das System in Abb. 11.3 ($d=2.5$ mm) ist die relative Aufspaltung $(f_1 - f_2)/f \approx 4 \cdot 10^{-5}$. In Abb. 11.7 wird die Frequenzaufspaltung als Funktion des Elektrodenabstandes d (bei 100 nm Elektrodendicke, keine zusätzlichen Filme auf dem Quarz) dargestellt. Wie erwartet nimmt die Aufspaltung mit wachsendem Elektrodenabstand ab. Die gestrichelte Linie ist ein Fit mit einer Exponentialfunktion. Die Steigung entspricht einer Zerfallslänge der oszillierenden Regionen außerhalb der Elektroden von etwa 1 mm.

11.4 Berechnung der Resonanzfrequenzen

Der elektrische Ersatzschaltkreis in Abb. 11.5 erlaubt die direkte Berechnung der Leitfähigkeit $G(f)$ an Tor A. Die Leitfähigkeit zeigt die für die akustischen Resonanzen typischen Peaks (Abb. 11.5). Für eine analytische Ableitung der Resonanzfrequenzen genügt es, den zentralen Teil des elektrischen Ersatzschaltkreises (gestrichelte Linie in Abb. 11.5) zu betrachten. Bei den Resonanzen fließen große Ströme, auch wenn die externe elektrische Anregung schwach ist. Im Grenzfall verschwindender Dissipation können alle offenen Enden geerdet werden. Die Resonanzbedingung kann nun so formuliert werden, daß Ströme auch dann fließen müssen, wenn alle Spannungen zwischen allen externen Toren verschwinden. Abb. 11.6 zeigt den vereinfachten Schaltkreis und definiert einige der benutzten Variablen. Die Impedanzen Z_1 – Z_5 sind definiert als:

$$\begin{aligned}
 Z_1 &= \frac{1}{i\omega C_A} = -i\frac{\omega_A}{\omega} Z_0 = -i\frac{f_A}{f} Z_0, & Z_2 &= \frac{1}{i\omega C_B} = -i\frac{\omega_B}{\omega} Z_0 = -i\frac{f_B}{f} Z_0 \\
 Z_3 &= Z_c = -i\frac{\omega_A \omega_B}{\omega \omega_c} Z_0 = -i\frac{f_A f_B}{f f_c} Z_0, & Z_4 &= i\omega L_A = i\frac{\omega}{\omega_A} Z_0 = -i\frac{f}{f_A} Z_0 \\
 Z_5 &= i\omega L_B = i\frac{\omega}{\omega_B} Z_0 = -i\frac{f}{f_B} Z_0, & Z_0 &= \sqrt{\frac{L_A}{C_A}} = \sqrt{\frac{L_B}{C_B}} \\
 \omega_A &= 2\pi f_A = \sqrt{\frac{1}{L_A C_A}}, & \omega_B &= 2\pi f_B = \sqrt{\frac{1}{L_B C_B}}
 \end{aligned} \tag{11.2}$$

Die Kapazitäten und Induktivitäten wurden durch die Resonanzfrequenz $\omega_0 = (LC)^{-1/2}$ und die Resonanzimpedanz $Z_0 = (L/C)^{1/2}$ ausgedrückt. Die Resonanzimpedanz Z_0 wurde für beide Resonatoren A und B als identisch gewählt. Die Impedanz Z_c , die die Kopplung vermittelt, wurde durch den Parameter $f_c = -if_A f_B Z_0 / (f Z_c)$ beschrieben.

Wenn alle externen Spannungen gleich null gesetzt werden, so ergibt sich

$$Z_1 I_1 + Z_4 I_4 = 0, \quad Z_2 I_2 + Z_5 I_5 = 0, \quad Z_1 I_1 + Z_3 I_3 - Z_2 I_2 = 0 \tag{11.3}$$

Weiterhin gilt das erste Kirchhoff'sche Gesetz für die Knotenpunkte:

$$I_1 - I_3 - I_4 = 0, \quad I_2 + I_3 - I_5 = 0 \quad (11.4)$$

Die Gleichungen 11.3 und 11.4 bilden ein homogenes System von linearen Gleichungen für die Ströme $I_1 - -I_5$. Es liefert nur eine nichttriviale Lösung, wenn seine Determinante verschwindet:

$$\begin{vmatrix} \frac{-f_A}{f} & 0 & 0 & \frac{f}{f_A} & 0 \\ 0 & \frac{-f_B}{f} & 0 & 0 & \frac{f}{f_B} \\ \frac{-f_A}{f} & \frac{f_B}{f} & \frac{-f_A f_B}{f f_c} & 0 & 0 \\ 1 & 0 & -1 & -1 & 0 \\ 0 & 1 & 1 & 0 & -1 \end{vmatrix} = 0 \quad (11.5)$$

Nach Umformung ergibt sich aus Gleichung 11.5

$$-\frac{f}{f_A} + \frac{f_A}{f} - \frac{f}{f_B} + \frac{f_B}{f} + \frac{f_A^2 + f_B^2}{f f_c} + \frac{f_A^2 f_B^2}{f^3 f_c} = 0 \quad (11.6)$$

Diese Gleichung wird durch

$$f_{1,2}^2 = \frac{1}{2} \frac{\beta \pm \sqrt{\beta^2 - 4f_A^3 f_B^3 \alpha}}{\alpha} \quad (11.7)$$

$$\alpha = f_A f_B + f_c (f_A + f_B), \quad \beta = f_A f_B ((f_A^2 + f_B^2) + f_c (f_A + f_B))$$

gelöst. Gleichung 11.7 zeigt, daß $\frac{1}{2}(f_1 + f_2) \approx \frac{1}{2}(f_A + f_B)$, was in den Abbildungen 11.4 und 11.4 benutzt wurde. In der symmetrischen Situation $f_B = f_A$ vereinfacht sich Gleichung 11.7 zu

$$f_{1,2} = f_A \sqrt{\frac{f_A^2 + f_c f_A \pm f_c f_A}{f_A^2 + 2f_c f_A}} \approx f_A - \frac{f_c}{2} \pm \frac{f_c}{2} \quad (11.8)$$

Dieser Fall wird häufig in der Literatur [LL90] beschrieben. Die Aufspaltung zwischen der parallelen und antiparallelen Resonanzfrequenz ist gleich f_c .

Bisher wurden alle Frequenzen als real angenommen, was bedeutet, daß Dissipation vernachlässigt wurde. Dissipation kann durch komplexe Frequenzen eingeführt werden. Die experimentellen Daten deuten darauf hin, daß die Dissipation ansteigt, wenn signifikante Kopplung stattfindet. Dieses Verhalten kann in dem Modell dadurch beschrieben werden, daß der Kopplungsparameter (f_c eine imaginäre Komponente bekommt (die Kopplungsimpedanz bekommt eine dissipative Komponente)). Die Daten in Abb. 11.4b sind mit einem Wert von $f_c = 2.5 \text{ kHz} (1 + 0.8i)$ berechnet worden.

Die relativen Amplituden, mit denen Resonator A zur Resonanz "1" und "2" beiträgt, kann dargestellt werden, indem man $f = f_{1,2}(1 + 10^{-5}i)$ wählt und das folgende inhomogene lineare Gleichungssystem löst:

$$\begin{bmatrix} Z_1 & 0 & 0 & Z_4 & 0 \\ 0 & Z_2 & 0 & 0 & Z_5 \\ Z_1 & -Z_2 & Z_3 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & -1 & -1 & 0 \\ 0 & 1 & 1 & 0 & -1 \end{bmatrix} \begin{pmatrix} I_1 \\ I_2 \\ I_3 \\ I_4 \\ I_5 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 1 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad (11.9)$$

Der Strom durch den Resonator A ist durch I_1 gegeben, welcher annähernd gleich I_4 ist. Der Strom I_1 ist für die Resonanzen "1" und "2" als Funktion von $1/2(f_1 + f_2)$ im unteren Teil von Abb. 11.4 (b) dargestellt.

11.5 Anwendung als Sensor

In diesem Abschnitt wird gezeigt, daß das System der gekoppelten Quarzresonatoren sich für sensorische Anwendungen eignet. Wenn die beiden Resonatoren mit unterschiedlichen Schichten überzogen sind, welche verschiedene Affinitäten für einen Analyten besitzen, dann sind differentielle Affinitätsmessungen möglich. In dem hier demonstrierten Fall ist der Analyt Wasserdampf, welcher einen Dextran-Film auf einem der beiden Resonatoren aufquellen läßt. Der zweite Resonator (dieser besitzt nur hydrophobe Gold-Elektroden als Oberfläche) dient als Referenz. Er wird aber von denselben Umweltfaktoren beeinflusst, wie der mit Dextran beschichtete Sensor, aber im Gegensatz zu diesem reagiert er nicht spezifisch auf den Wasserdampf.

Der quellfähige Dextran-Film wurde auf eine Seite der Quarz-Scheibe durch Spincoating (bei 1500 U/min) aus wässriger Lösung aufgebracht. Das Molekulargewicht betrug dabei nach Angaben des Herstellers $M_w = 200000 - 300000$ g/mol. Vor dem Spincoaten wurde der Quarz mit den Goldelektroden für 5 Minuten (und 280 W) einem Argon-Sauerstoff Plasma ausgesetzt, um die Goldelektroden für den Spincoatingprozeß mit der wäßrigen Lösung hydrophil zu machen. Die Filmdicke d_{film} wurde über die relative Konzentration der Lösung auf einen Wert von $d_{film} = 102$ nm eingestellt. Der Dextran-Film wurde anschließend von der Referenzelektrode abgewischt, so daß nur die Sensor-Elektrode beschichtet war.

In Abb. 11.8 wird die Reaktion von Sensor und Referenz bei verschiedenen Obertönen

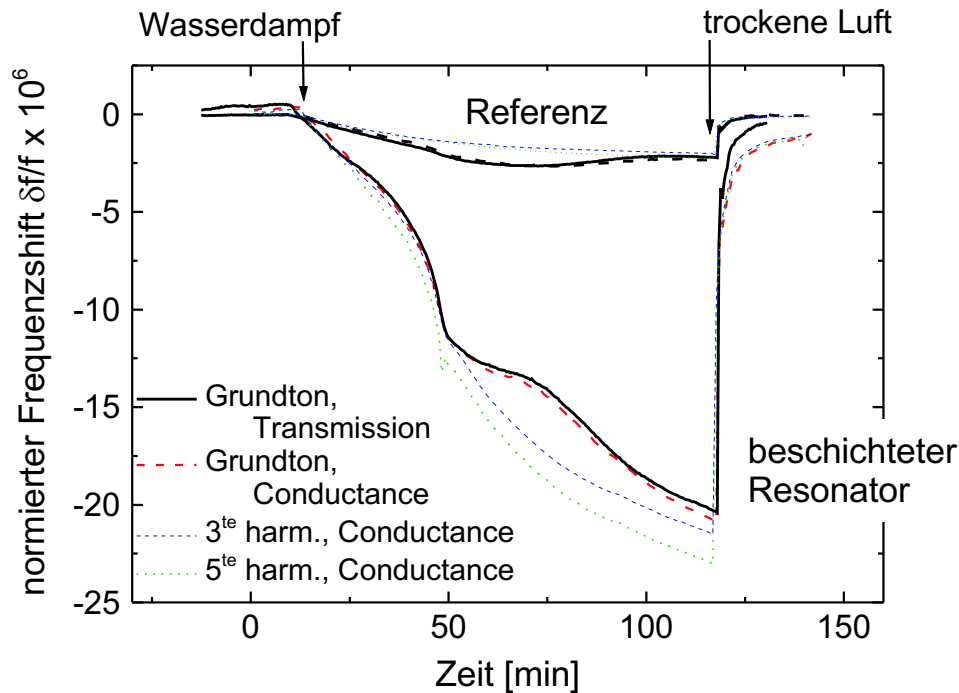


Abbildung 11.8: Resonanzfrequenzen eines zusammengesetzten Resonators (3 mm lateraler Elektrodenabstand, 100 nm dicke Goldelektroden). Eine Elektrode ist mit einem 102 nm dicken Dextran-Film beschichtet, der durch Wasserdampf aufquillt und so die Resonanzfrequenz dieser Sensorhälfte verringert.

auf eine zunehmende Wasserdampfkonzentration dargestellt. Die dicke durchgezogene und die dicke getrichelte Linie zeigen die Frequenzen des Grundtons im Netzwerk- und im Impedanzmodus. Alle dünnen gestrichelten Linien stellen die 3. und 5. Harmonische gemessen im Impedanzmodus dar. Die Daten in Abb. 11.8 sind eine Superposition zweier Experimente, die aber unter den gleichen Bedingungen durchgeführt worden sind. Die dicke durchgezogene Linie bezieht sich auf ein Experiment, bei dem die Proben- und die Referenzfrequenz zugleich im Transmissionmodus gemessen worden sind. In allen anderen Fällen wurden die Daten im Impedanzmodus gemessen, wobei der Proben- und der Referenzsensor jeweils an zwei unterschiedliche Eingängskanäle des Impedanzanalysators angeschlossen waren.

Unter dem Einfluß des Wasserdampfes verschieben sich sowohl Proben- als auch Referenzfrequenz. Die Frequenzverschiebungen des Grundtones gemessen im Transmissionmodus

als auch im Impedanzmodus ähneln sich sehr. Die geringen Unterschiede können auch aus geringen Unterschieden in der Entwicklung der Wasserdampfkonzentration herrühren, da diese beiden Experimente nacheinander unter möglichst gleichbleibenden Bedingungen durchgeführt worden sind. Für die 3. und 5. Harmonische sind die Resonanzen so schwach gekoppelt, daß eine Messung im Transmissionsmodus unmöglich war. Diese Resonanzen würden eine Abschätzung des Einflusses der Kopplung ermöglichen. Im Prinzip kann sich nämlich die Resonanzfrequenz des Referenzsensors nicht nur durch direkte Umwelteinflüsse verschieben, sondern auch wegen der Kopplung zum Probensensor. Wenn man im Transmissionmodus mißt, dann muß man einen Kompromiß für die Kopplungsstärke finden. Einerseits muß sie stark genug sein, um überhaupt eine Transmission zu messen. Andererseits darf sie aber auch nicht zu stark sein, damit der Referenzsensor nicht zu sehr vom Probensensor beeinflusst wird. Letzteres kann auch durch eine Verstimmung erreicht werden. Der Vergleich mit der Entwicklung der Resonanzfrequenzen der (nicht oder zumindest wesentlich schwächer) gekoppelten Obertöne beweist, daß eine ausreichende Entkopplung erreicht wurde. Die Obertonfrequenzen des Referenzsensors verhalten sich ähnlich wie die des Grundtones. Offenbar wird die Referenzfrequenz durch Umwelteinflüsse (Temperatur und Viskosität der Luft) beeinflusst und kann daher von der Resonanzfrequenz abgezogen werden, um die Quellung des Dextran-Filmes genauer zu bestimmen.

Kopplung kann wichtige Einsichten für das Design von Multi-Element Array auf einer Quarzplatte vermitteln [AE00]. Wenn Kopplung vermieden werden soll, dann kann dies in einer Transmissionsmessung überprüft werden. Möglicherweise muß man einen Kompromiß finden, um die Elementdichte zu vergrößern. Dabei muß dann darauf geachtet werden, daß in der Auswertung die gegenseitige Beeinflussung berücksichtigt wird. Dazu wird eine präzise Kalibrierung der Kopplung nötig. Allerdings kann die Kopplung auch für einen effizienteren Ausleseprozess genutzt werden. In einer Transmissionsmessung können mehrere Quarz-Kanäle mit nur einem elektronischen Kanal ausgelesen werden. So kann dann sogar ein Resonator ausgelesen werden, der überhaupt nicht elektrisch angeschlossen ist, sondern nur akustisch mit seinen Nachbarelementen koppelt (Abb. 11.2 a und b). So können elektrische Leiterbahnen eingespart werden, wodurch Platz auf der Quarzplatte gespart wird, und aus elektro-mechanischer Sicht ungünstige Leiterbahnkonfigurationen vermieden werden können.

Abbildungsverzeichnis

1.1	Reibungsexperimente von Leonardo da Vinci	4
2.1	Kontaktmechanik: JKR Kontakt	12
2.2	JKR und Hertz Modell im Vergleich	13
2.3	Gleitreibung: Das Gesetz von Coulomb	15
2.4	Gleitreibung: Papier auf Papier	15
2.5	Reibung und Adhäsionshysterese	17
2.6	Gleitreibung: Stick-Slip	18
2.7	Cobblestone-Modell für atomar glatte Oberflächen	18
2.8	Stick-Slip bei einem dünnen Film	19
2.9	Stick-Slip bei Hexadekan	19
2.10	Rollreibung	20
2.11	Spannungs-Dehnungs-Diagramm	21
2.12	Versetzung und Gleitebene	22
2.13	Metall-Nanodrähte durch plastische Deformation	22
2.14	Rasterkraftmikroskop	23
3.1	Phasendiagramm und Kristallstruktur von Quarz	26
3.2	Mit einem Impedanzanalysator gemessene Resonanzkurve eines 4 MHz Quarzes im AT-Schnitt	29
3.3	Anharmonische Seitenbänder	30
3.4	Schwingungsamplitude	31
3.5	Quarzresonator mit Elektroden und Energy-trapping	33
3.6	Butterworth-van Dyke Ersatzschaltbild	34
3.7	Resonanzfrequenz eines freischwingenden und eines beschichteten Quarzes	35
3.8	Typische Meßkurve für Gold-Gold Experimente	37
3.9	Emission von Schallwellen und Dissipationskanäle im Punktkontakt	37
3.10	Ersatzschaltbilder für Punktkontakt und Reibung	40
4.1	Schematische Skizze des Surface Forces Apparatus (SFA)	42
4.2	Quarzhalter im SFA	43
4.3	Kristallographie von Glimmer	44
4.4	Resonanzkurve mit aufgeklebtem Glimmer	45
4.5	Kontakt einer Glimmer- und Silber-Oberfläche mit Glimmer	46
4.6	Silber-Glimmer Kontakt	47
4.7	Breite des Streifens unter Adhäsions-Separations-Zyklen	48
4.8	Alle Fitparameter	48
4.9	Quarz mit Glimmer	50

4.10	Herstellung der Glimmer-Klebung mit der Klebstoffschicht außerhalb des optischen Resonators	51
4.11	Schrittweiser Glimmer-Glimmer Kontakt	51
4.12	FECO-Interferenzstreifen im Glimmer-Glimmer Kontakt	52
4.13	Änderung von Frequenz und Dämpfung als Funktion von vertikaler Last und Kontaktradius	53
4.14	Gültigkeit des Punkt-Kontakt-Modells	54
5.1	Messungen in der Zeitdomäne	56
5.2	Hochfrequenzsignal, Funktionsgenerator, Mixer und Abklingkurve	57
5.3	Hochfrequenzsignal auf Rechteck-Puls, mit und ohne Quarz	57
5.4	Charakteristik des Mischers	58
5.5	Genauigkeit beim Ring-down Verfahren	60
5.6	Fouriertransformation des Zeitsignals	61
5.7	Nichtlinearitäten des Frequenzgenerators	62
5.8	Einfluß der Anregungsfrequenz auf die Resonanzfrequenz	63
5.9	Amplitudenabhängigkeit von Resonanzfrequenz und Dämpfung	64
5.10	Stick-Slip bei der periodischen Quarzbewegung	65
5.11	Strategie beim nichtlinearen Fit	67
5.12	Berechnung der Einhüllenden	67
6.1	Photo und schematische Skizze des Meßaufbaus	69
6.2	Skizze des Meßaufbaus vergrößert um den Schwingquarz	70
6.3	Mechanische Drift des Reibungsaufbaus	72
6.4	Artefakte bei der Reibungsmessung	73
6.5	Meßaufbau mit Lichtmikroskop	74
6.6	Newton-Ringe	75
7.1	Gold-Gold Kontakt	77
7.2	Dämpfungspeak bei höheren Obertönen	78
7.3	Hysterese beim Gold-Gold Kontakt	79
7.4	Normalkraft	80
7.5	Gold-Glas Kontakt	81
7.6	Kontaktfläche im Gold-Glas Kontakt ohne und mit Kontamination	82
7.7	Keramik-Keramik Kontakt	83
7.8	Glimmer-Gold Kontakt	84
7.9	Polystyrol-Keramik Kontakt	85
7.10	Gold-Silikon Kontakt	86
7.11	Thiol-Molekül und SAM	87
7.12	Selbst-assemblierte Thiol-Monolage	88
7.13	Reproduzierbarkeit	89
8.1	Unterteilung der Abklingkurve in Segmente	91
8.2	Frequenz und Dämpfung als Funktion der Amplitude	91
8.3	Diskretisierung und Variablentransformation	96
8.4	Störungsrechnung für einen Gold-Glas Kontakt	97
8.5	Elastische Kraft für einen Gold-Gold Kontakt	98

8.6	Kritische Geschwindigkeit	99
8.7	Illustration zur kritischen Geschwindigkeit	101
8.8	Rauhigkeiten und Kaltverschweißung	102
8.9	Thiol-Monolage	103
8.10	Abhängigkeit von der Normalkraft	103
8.11	Nichtlineare Analyse bei einem Polystyrol–Siliziumnitrid Kontakt	105
8.12	Nichtlineare Analyse beim Quarz–Siliziumnitrid Kontakt	106
8.13	Elastische Kraft und Normalkraft beim Quarz–Siliziumnitrid Kontakt	107
8.14	Nichtlineare Analyse beim Quarz–Glas Kontakt	107
8.15	Nichtlineare Analyse beim Glimmer–Gold Kontakt	108
8.16	Nichtlineare Analyse: Mikropartikel auf dem Quarz	109
9.1	Spannungspfade in granularen Medien	111
9.2	Quarz mit Salzkörnern (Photographie)	113
9.3	Salzkörner	113
9.4	Salzkörner: Nichtlineare Analyse	114
9.5	Glaskugeln	115
9.6	Glaskugeln: nichtlineare Analyse	116
9.7	Glaspulver	117
9.8	Glasschrot: Relaxationsdynamik	118
9.9	Glasschrot: nichtlineare Analyse	118
10.1	Kaltverschweißung	122
10.2	Route in den Kontakt	123
10.3	Relaxation und Kompaktierung	125
10.4	Federkonstante, elastische Kraft und Potential (schematisch)	125
10.5	Dynamik vom Aufschütten bis zu den Plateaus im Potentialbild	126
10.6	Salzkörner auf dem Schwingquarz (schematisch)	127
10.7	Stabilität bei Haufen idealer Kugeln	128
11.1	Gekoppelte Quarzresonatoren mit Elektroden	130
11.2	Resonanzkurven in den 2 Messmodi	132
11.3	Modenaufspaltung bei der Transmissionsmessung	133
11.4	Resonanzparameter gegen arithmetisches Mittel der Resonanzfrequenzen	135
11.5	Elektrisches Ersatzschaltbild für gekoppelte Quarzresonatoren	136
11.6	Ersatzschaltbild und gekoppelte Pendel	137
11.7	Zerfallslänge	138
11.8	Sensoranwendung	142

Literaturverzeichnis

- [Ada76] A.W. Adamson. *Physical Chemistry of Surfaces*. Wiley, New York, 3rd edition, 1976.
- [AE00] T. Abe and M. Esashi. One-chip multichannel quartz crystal microbalance (QCM) fabricated by Deep RIE. *Sensors and Actuators A*, 82:139, 2000.
- [AHH⁺95] J. Auge, P. Hauptmann, J. Hartmann, S. Rösler, and R. Lucklum. New Design for QCM sensors in liquids. *Sensors and Actuators B*, 24-25:43–48, 1995.
- [AHM⁺89] S. Alexander, L. Hellemans, O. Marti, J. Schneir, V. Elings, P. K. Hansma, M. Longmire, and J. Gurley. An Atomic-Resolution Atomic-Force Microscope Implemented Using an Optical-Lever. *J. Appl. Phys.*, 65(1):164–167, 1989.
- [Bak96] P. Bak. *How Nature Works*. Copernicus, Springer-Verlag, New York,, 1996.
- [BHP94] T. Baumberger, F. Heslot, and B. Perrin. Crossover from Creep to Inertial Motion in Friction Dynamics. *Nature*, 367:544–546, 1994.
- [Bhu95] B. Bhushan. *Handbook of Micro/Nanotribology*. CRC Press, London, 1995.
- [BJ01] S. Berg and D. Johannsmann. Laterally Coupled Quartz Crystal Resonators. *Analyt. Chem.*, 73:1140–1145, 2001.
- [BJR02] S. Berg, D. Johannsmann, and M. Ruths. Frequency response of a quartz crystal shear-resonator during an adhesive, elastic contact in a surface forces apparatus. *submitted to J. Appl. Phys.*, 2002.
- [BKAW01] B. Borovsky, J. Krim, S.A.S. Asif, and K.J. Wahl. Measuring nanomechanical properties of a dynamic contact using an indenter probe and quartz crystal microbalance. *J. Appl. Phys.*, 90(12):6391–6396, 2001.
- [BL97] R.N. Barnett and U. Landman. Cluster-derived structures and conductance fluctuations in nanowires. *Nature*, 387:788–791, 1997.
- [BMK00] B. Borovsky, B.L. Mason, and J. Krim. Scanning tunneling microscope measurements of the amplitude of vibration of a quartz crystal resonator. *J. Appl. Phys.*, 88(7):4017–4021, 2000.
- [Bot82] V.E. Bottom. *Introduction to Quartz Crystal Unit Design*. Van Nostrand–Reinhold, New York, 1982.
- [BP00] R. Budakian and S.J. Putterman. Correlation between charge transfer and stick–slip friction at a metal–insulator interface. *Phys. Rev. Lett.*, 85(5):1000–1003, 2000.
- [BQG86] G. Binnig, C. F. Quate, and C. Gerber. Atomic Force Microscope. *Phys. Rev. Lett.*, 56(9):930–933, 1986.

- [BRJ02] S. Berg, M. Ruths, and D. Johannsmann. High frequency measurements of interfacial friction using quartz crystal resonators integrated into a surface forces apparatus. *Phys. Rev. E*, 65:026119, 2002.
- [BT73] F.P. Bowden and D. Tabor. *Friction: An Introduction to Tribology*. Anchor Press/Doubleday, Garden City, 1973.
- [CBCW98] P. Claudin, J.-P. Bouchaud, M. E. Cates, and J. P. Wittmer. Models of stress fluctuations in granular media. *Phys. Rev. E*, 57(4):4441–4457, 1998.
- [CFK⁺93] A. B. Chhabra, M. J. Feigenbaum, L. P. Kadanoff, Aj. J. Kolan, and I. Procaccia. Sandpiles, Avalanches, and the Statistical Mechanics of Non-equilibrium Stationary States. *Phys. Rev. E*, 47:3099, 1993.
- [CHI91] Y.I. Chen, C.A. Helm, and J.N. Israelachvili. Molecular Mechanisms Associated with Adhesion and Contact Angle Hysteresis of Monolayer Surfaces. *J. Chem. Phys.*, 95:10736–10747, 1991.
- [Dow79] D. Dowson. *History of Tribology*. Longman, New York, 1979.
- [ESS02] ESSO. *Homepage*, www.esso.de. Esso Deutschland GmbH, 2002.
- [Ext94] C.W. Extrand. Spin Coating of Very Thin Polymer Films. *Polymer Engineering And Science*, 34(5):390–394, 1994.
- [FDS00] C.M. Flanigan, M. Desai, and K. Shull. Contact Mechanics Studies with the Quartz Crystal Microbalance. *Langmuir*, 16:9825, 2000.
- [Fre78] M.E. Frerking. *Crystal Oscillator Design and Temperature Compensation*. Van Nostrand–Reinhold, New York, 1978.
- [Goo02] Goodfellow. *Homepage*. www.goodfellow.com, 2002.
- [GS02] Kanazawa K. Gellhood S.J., Frank C.W. Transient Quartz Crystal Microbalance Behaviors Compared. *Journal of The Electrochemical Society*, 149 (1):H33–H38, 2002.
- [HBPB99] L.O. Heim, J. Blum, M. Preuss, and H.-J. Butt. Adhesion and friction forces between spherical micrometer-sized particles. *Phys. Rev. Lett.*, 83(16):3328–3331, 1999.
- [HDR87] L. H. Heydenreich, B. Dibner, and L. Reti. *Leonardo Der Erfinder*. Belser Verlag, Stuttgart, Zürich, 1987.
- [Her81] H. Hertz. *J. Reine Angew. Math.*, 92:156–171, 1881.
- [HIGM89] A.M. Homola, J.N. Israelachvili, M.L. Gee, and P.M. McGuiggan. Measurements of the relation between the adhesion and friction of two surfaces separated by thin liquid and polymer films. *J. Tribol.*, 111:675–682, 1989.
- [HIMG90] A.M. Homola, J.N. Israelachvili, P.M. McGuiggan, and M.L. Gee. Fundamental experimental studies in tribology - the transition from interfacial friction of undamaged molecularly smooth surfaces to normal friction with wear. *Wear*, 136:65–83, 1990.
- [IA78] J.N. Israelachvili and G.E. Adams. Measurement of Forces between Two Mica Surfaces in Aqueous Electrolyte Solutions in the Range 0–100 nm. *J. Chem. Soc. Faraday Trans. I*, 74:975–1001, 1978.

- [IC94] J.N. Israelachvili and H. Chen, Y.-L. and Yoshizawa. Relationship Between Adhesion and Friction Forces. *J. Adhesion Sci. Technol.*, 8(11):1231–1249, 1994.
- [Isr87] J.N. Israelachvili. Direct Measurements of Forces Between Surfaces in Liquids at the Molecular Level. *Proc. Natl. Acad. Sci. USA*, 84:4722–4724, 1987.
- [Isr89] J.N. Israelachvili. *Chemtracts Anal. Phys. Chem.*, 1:1–12, 1989.
- [Isr91] J.N. Israelachvili. *Intermolecular and Surface Forces*. Academic Press, London, 2nd edition, 1991.
- [IT72] J.N. Israelachvili and D. Tabor. The Measurement of van der Waals Dispersion Forces in the Range 1.5 to 130 nm. *Proc. R. Soc. Lond. A*, 331:19–38, 1972.
- [JK99] J.E. Houston J.D. Kiely. Contact Hysteresis and Friction of Alkanethiol Self-Assembled Monolayers on Gold. *Langmuir*, 15(13):4513–4519, 1999.
- [JKR71] K.L. Johnson, K. Kendall, and A.D. Roberts. Surface Energy and the Contact of Elastic Solids. *Proc. R. Soc. Lond. A*, 324:301–313, 1971.
- [JMM⁺96] K.E. Johnson, C.M. Mate, J.A. Merz, R.L. White, and A.W. Wu. Thin-Film Media – Current and Future Technology. *IBM J. Res. Develop.*, 40(5):511–532, 1996.
- [Joh85] K.L. Johnson. *Contact Mechanics*. Cambridge University Press, New York, 1985.
- [Joh91] D. Johannsmann. *Einsatz von Quarz-Resonatoren und Ellipsometrie zur viskoelastischen Charakterisierung von dünnen Schichten und Adsorbaten*. PhD thesis, Universität Mainz, 1991.
- [Joh99] D. Johannsmann. Viscoelastic analysis of organic thin films on quartz resonators. *Macromolecular Chemistry and Physics*, 200(3):501–516, 1999.
- [Kan97] K.K. Kanazawa. Mechanical behaviour of films on the quartz microbalance. *Faraday Discussions*, 107:77–90, 1997.
- [Kle98] J. Klein. Shear of liquid films confined to molecular dimensions. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 235-237:422–427, 1998.
- [KS00] S. Kopta and M. Salmeron. The atomic scale origin of wear on mica and its contribution to friction. *J. Chem. Phys.*, 113(18):8249–8252, 2000.
- [Las99] A. Laschitsch. *Dynamical Measurements with Quartz Resonators*. PhD thesis, Universität Mainz, Logos Verlag, Berlin, 1999.
- [LGKL73] N.C. Lias, E. E. Grudensk, E. D. Kolb, and R. A. Laudise. Growth of high acoustic Q quartz at high growth-rates. *Journal of Crystal Growth*, 18(1):1–6, 1973.
- [LJ99] A. Laschitsch and D. Johannsmann. High frequency tribological investigations on quartz resonator surfaces. *J. Appl. Phys.*, 85(7):3759–3765, 1999.
- [LL90] L.D. Landau and E.M. Lifschitz. *Lehrbuch der Theoretischen Physik, Band 1, Mechanik*. Akademie-Verlag, Berlin, 13. edition, 1990.
- [LM93] M. Grimsditch L.E. McNeil. *J. Phys.: Condens. Matter* 5, 5:1681, 1993.
- [LNS⁺95] C.-H. Liu, S.R. Nagel, D.A. Schecter, S.N. Coppersmith, S. Majumdar, O. Narayan, and T.A. Witten. Force Fluctuations in Bead Packs. *Science*, 269:513–515, 1995.

-
- [LS84] C. Lu and A.W. Szanderna. *Applications of Piezoelectric Quartz Crystal Microbalances*. Elsevier, Amsterdam, 1984.
- [MA88] G. Meyer and N.M. Amer. Novel Optical Approach to Atomic Force Microscopy. *Applied Physics Letters*, 53(12):1045–1047, 1988.
- [Mas48] W.P. Mason. *Electromechanical Transducers and Wavefilters*. Van Nostrand–Reinhold, Princeton, 2nd edition, 1948.
- [Mas50] W.P. Mason. *Piezoelectric Crystals and their Application to Ultrasonics*. Van Nostrand–Reinhold, New York, 2nd edition, 1950.
- [MC98] J.P. Wittmer M.E. Cates. Stress propagation in sand. *Physica A*, 249:276–284, 1998.
- [MG92] Meinke and Gundlach. *Taschenbuch der Hochfrequenztechnik*, volume 1. Springer, Berlin, 5th edition, 1992.
- [MH89] B. Martin and H. Hager. Velocity Profile on QUartz Crystals Oscillating in Liquids. *J. Appl. Phys.*, 65:2630–2635, 1989.
- [MPdB01] T. M. Mayer M. P. de Boer. Tribology of MEMS. *MRS Bulletin*, 26(4):302–304, 2001.
- [NB97] B. Neubig and W. Briese. *Das große Quarzkochbuch*. Franzis, Feldkirchen, 1st edition, 1997.
- [OKT98] H. Ohnishi, Y. Kondo, and K. Takayanagi. Quantized conductance through individual rows of suspended gold atoms. *Nature*, 395:780–783, 1998.
- [PBH90] C.B. Prater, H.-J. Butt, and P.K. Hansma. Atomic Force Microscopy. *Nature*, 345(6278):839–840, 1990.
- [PC97] J.-P. Bouchaud P. Claudin. Static Avalanches and Giant Stress Fluctuations in Silos. *Phys. Rev. Lett.*, 78(2):231–234, 1997.
- [Per96] B.N.J. Persson. Theory of friction: on the origin of the stick-slip motion of lubricated surfaces. *Chem. Phys. Lett.*, 254:114–121, 1996.
- [Per98] B.N.J. Persson. *Sliding Friction – Physical Principles and Applications*. Nanoscience and Technology. Springer, Heidelberg, 1. edition, 1998.
- [PP00] B.N.J. Persson and V. L. Popov. On the origin of the transition from slip to stick. *Solid State Communications*, 114:261–266, 2000.
- [PTVF92] W.H. Press, S.A. Teukolsky, W.T. Vetterling, and B.P. Flannery. *Numerical Recipes in C*. Cambridge University Press, 1992.
- [RBG97] J. Rickert, A. Brecht, and W. Göpel. Quartz Crystal Microbalances for Quantitative Biosensing and Characterizing Protein Multilayers. *Biosensors and Biosensing*, 12(7):567–575, 1997.
- [RHK⁺95] M. Rodahl, F. Hook, A. Krozer, P. Brzezinski, and B. Kasemo. Quartz crystal microbalance setup for frequency and Q-factor measurements in gaseous and liquid environments. *Rev. Sci. Instr.*, 66 (7):3924–3930, 1995.
-

-
- [RK96] M. Rodahl and B. Kasemo. A simple setup to simultaneously measure the resonant frequency and the absolute dissipation factor of a quartz crystal microbalance. *Rev. Sci. Instr.*, 67 (9):3238–3241, 1996.
- [Sau57] G. Sauerbrey. Wägung dünner Schichten mit Schwingquarzen. *Phys. Verhandl.*, 8:113, 1957.
- [Sau59] G. Sauerbrey. Verwendung von Schwingquarzen zur Wägung dünner Schichten und zur Mikrowägung. *Z. Phys.*, 155:206–222, 1959.
- [SF93] R. Kaneko S. Fukui. *Wear*, 168:175–179, 1993.
- [SLNJ00] T. Srihirin, A. Laschitsch, D. Neher, and D. Johannsmann. Light-induced softening of azobenzene dye-doped polymer films probed with quartz crystal resonators. *Appl. Phys. Lett.*, 77:963, 2000.
- [Str96] S.H. Strogatz. *Nonlinear Dynamics And Chaos*. Addison–Wesley, Reading, Massachusetts, USA, 6th edition, 1996.
- [Tab82] D. Tabor. *The Role of Surface and Intermolecular Forces in Thin Film Lubrication*. Microscopic Aspects of Adhesion and Lubrication. Societe de Chimie Physique, Paris, 1982.
- [TD95] A.G.G.M. Tielens and C. Dominik. *Philos. Mag. A*, 72:783, 1995.
- [Thu84] R.N. Thurston. Piezoelectrically excited vibrations. In R. N. Thurston, editor, *Waves in Solids*, volume 4, pages 257–271. Springer, Heidelberg, 1984.
- [TW99] A.V. Tkachenko and T.A. Witten. Stress propoagation through fricitonless granular material. *Phys.Rev. E*, 60(1):687–695, 1999.
- [Vig99] J. Vig. *Quartz Crystal Resonators and Oscillators*, 1999.
- [Vog74] H. Vogel. *Gerthsen, Kneser, Vogel : Physik*. Springer, 12. edition, 1974.
- [Wea83] R. C. Weast, editor. *Handbook of Chemistry and Physics*. CRC Press, Boca Raton, Florida, 64th edition, 1983.
- [Wie94] R. Wiesendanger. *Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy*. University Press, Cambridge, 1994.
- [Wil01] J. A. Williams. Friction and war of rotating pivots in MEMS and other small scale devices. *Wear*, 250(2):965–972, 2001.
- [WSJ97] O. Wolff, E. Seydel, and D. Johannsmann. Viscoelastic properties of thin films studied with quartz crystal resonators. *Faraday Discussions*, 107:91–104, 1997.
- [XWY+00] B. Xu, H.D. Wang, Wang. Y., Zhu. G.Y., Z. Li, and E.K. Wang. A Mica-Modified Quartz Resonator for a Quartz Crystal Microbalance Study. *Analytical Sciences*, 16(10):1061–1064, 2000.
- [YCI93] H. Yoshizawa, Y.L. Chen, and J. Israelachvili. Fundamental Mechanisms of Interfacial Friction. 1. Relation between Adhesion and Friction. *J. Phys. Chem.*, 97:4128–4140, 1993.
-

Veröffentlichungen

Im Zusammenhang mit dieser Arbeit entstanden bereits folgende Veröffentlichungen:

S. Berg, D. Johannsmann

Laterally Coupled Quartz Resonators

Anal. Chem. **73**, (2001) 1140 - 1145

S. Berg, D. Johannsmann

Local measurements of sliding friction and stick–slip with quartz resonators in the time domain

Proceedings of the Seventh European Conference on Atomic and Molecular Physics (ECAMP VII) and DPG Spring Meeting, Berlin, 2001

Europhysics conference abstracts, Volume 25B (5/2001), p. 262

S. Berg, M. Ruths, D. Johannsmann

High frequency measurements of interfacial friction using quartz crystal resonators integrated into a surface forces apparatus

Phys. Rev. E **65**, (2002) 026119

S. Berg, D. Johannsmann, M. Ruths

Frequency response of a quartz crystal shear-resonator during an adhesive, elastic contact in a surface forces apparatus

J. Appl. Phys., in press

S. Berg, T. Prellberg, D. Johannsmann

Non-linear contact mechanics based on ring-down experiments with quartz crystal resonators

Rev. Sci. Instr., in press

S. Berg, D. Johannsmann

High frequency contact mechanics based on quartz crystal resonators: application to polymer surfaces

submitted to Wear

S. Berg, D. Johannsmann

Nonlinearities in contact mechanics experiments with quartz crystal resonators

submitted to Surface Science

S. Berg, D. Johannsmann

Nonlinear rolling friction on metal surfaces at high speeds

in preparation for PRL

S. Berg, D. Johannsmann

Dynamics of granular media probed with quartz crystal resonators

in preparation for PRL

Index

- Abklingen, 57
Abklingkurve, 57, 64
Abtastrate, 57
Adhäsion, 11
Adhäsionshysterese, 17
Adsorption, 129
AFM, 23
Amontons, 15
Amplitude, 30, 31, 131
Amplitudenverteilung, 32
Analyt, 129
Anregungsleistung, 64
antiparallel, 133
AT-Schnitt, 26, 27, 130
- Benetzungswinkel, 11
Bewegungsgleichung, 92
Bowden, 16
Butterworth–van Dyke, 34, 40, 136
- CCD-Kamera, 74
Cobblestone-Modell, 18
Coulomb, 15
- Dämpfung, 36
Dämpfungskonstante, 55
dBm, 32
Dehnung, 21, 39
Dextran, 141
Dezibel, 32
Diskretisierung, 95
Dissipation, 39
DMT, 14
Drift, 71, 80
duktil, 21
- Elektrode, 27
Elektrodenpaar, 130
Energy-Trapping, 32, 61, 130
Ersatzschaltkreis, 33, 40, 136
exponentiell, 56, 57
- FECO fringes, 41
Federkonstante, 92
- Fit, 28, 57, 59, 138
Fourier, 94
Frequenzdomäne, 55
Frequenzstabilität, 59
- gekoppelt, 129
gekoppelte Pendel, 134, 137
Geschwindigkeit, 30, 32, 39
Gleitreibung, 15
Glimmer, 42
Gold, 21, 36, 141
Goldfäden, 23
GPIB, 58
granulare Medien, 111
Grundton, 61
- Hamaker, 10
Harmonische, 27
Hertz, 54
Hertz-Modell, 12
Hooke'sches Gesetz, 21
Hysterese, 79
- Impedanz, 36, 55
Impedanzanalysator, 28, 55
interferometrisch, 41
- JKR, 13
JKR-Modell, 12
- Kohäsion, 11
Kontaktfläche, 12, 16
Kontaktmechanik, 9, 12
Kontaktradius, 38, 52
kooperativ, 134
Kopplung, 130, 131, 138, 143
Kristallschnitt, 27, 30
Kristallstruktur, 26
Kugel–Ebene Kontakt, 41
- Linse, 74
Lorentz-Kurve, 28
lubricant, 19
- Masse, 33

- Mikroskop, 74
Modenaufspaltung, 134, 138
Monolage, 42

Nano-Draht, 22
Netzwerkanalysator, 28, 55, 57, 131
Newton-Ringe, 75
nichtlinear, 49, 61, 92
Normalkraft, 15, 70, 80

Oberfläche, 9, 15
Oberflächenenergie, 11
Oberflächenkräfte, 9, 12
Oberton, 30, 61, 138
OCXO, 59
Oszilloskop, 57, 59

parallel, 133
Piezo, 69
piezoelektrische Versteifung, 133
Piezoelektrizität, 25
plastische Deformation, 21, 47
Polystyrol, 84
Punktkontakt, 12

Qualitätsfaktor, 55

Rasterkraftmikroskop, 23
Rauhigkeit, 70
Rechtecksignal, 57
Referenzsensor, 129
Reibung, 36
Reibungskoeffizient, 15
Resonanz, 28, 132, 138
Resonanzfrequenz, 27, 35, 36, 55, 64, 129
Resonanzkurve, 28, 55
Resonanzparameter, 64, 134
ring-down, 56, 60
Rollreibung, 20, 47

Sauerbrey, 35
Schallwellen, 37
Scher-Mode, 29
Schermodul, 104
Scherrate, 39
Schmiermittel, 19
Schwingquarz, 25, 27, 55
Schwingungsamplitude, 31
Sensor, 141
SFA, 24, 41
Siliziumnitrid, 36, 70
Spannung, 21, 35

Spannungspfad, 112
Störungsrechnung, 92
Stick-Slip, 17
Surface Forces Apparatus, 24, 41

Tabor, 16
Temperaturabhängigkeit, 30
Temperaturkompensation, 30
Thiol, 74
Transmission, 130
two-timing, 93

Undersampling, 58

van der Waals, 9
Variablentransformation, 95
Verschleiss, 19
Vibration, 71

wear, 19
Wellenlänge, 53

Young, Gleichung, 11

Zeit-Domäne, 62
Zeitdomäne, 55