



Doctoral Thesis

Reibung, Elastizität und Struktur von Molybdänsulfid, Glimmer und Aluminiumoxid Untersuchungen mit Hilfe der Rasterkraftmikroskopie

Author(s):

Schumacher, Anke

Publication Date:

1996

Permanent Link:

<https://doi.org/10.3929/ethz-a-001608177> →

Rights / License:

[In Copyright - Non-Commercial Use Permitted](#) →

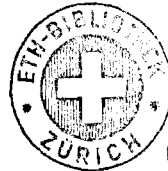
This page was generated automatically upon download from the [ETH Zurich Research Collection](#). For more information please consult the [Terms of use](#).

Diss. ETH ex. B

Diss. ETH Nr. 11 617

**Reibung, Elastizität und Struktur von
Molybdänsulfid, Glimmer und Aluminiumoxid:
Untersuchungen mit Hilfe der Rasterkraftmikroskopie**

Abhandlung zur Erlangung des Titels
Doktorin der Naturwissenschaften
der Eidgenössischen Technischen Hochschule Zürich



CatE

vorgelegt von
Anke Schumacher
Dipl.-Phys. (Universität Göttingen)
geboren am 10.03.1966
in Balje (Deutschland)

Angenommen auf Antrag von:

Prof. Dr. R. Prins, Referent
Prof. Dr. N. Kruse, Korreferent
PD Dr. E. Meyer, Korreferent

Zürich 1996

1 Zusammenfassung

Die vorliegende Arbeit behandelt Reibungs-, Elastizitäts- und Strukturuntersuchungen mit einem Rasterkraftmikroskop auf Molybdänsulfid-Einzelschichten, die auf Glimmer beziehungsweise α -Aluminiumoxid aufgetragen wurden.

Molybdänsulfid-Einzelschichten sind monomolekulare MoS_2 -Schichten, die mehrere hundert nm lateral ausgedehnt sein können. Sie wurden durch Interkalation von Lithium aus einer Butyllithium/n-Hexan-Lösung in MoS_2 -Pulver und anschließender Exfoliierung in Wasser unter zusätzlicher Ultraschallbestrahlung hergestellt. Da sie in einer wässrigen Suspension vorlagen, konnten sie einfach als Tropfen auf einen Träger aufgebracht werden. Nach dem Trocknen wurden die Einzelschichten mit einem Rasterkraftmikroskop abgebildet. Als Träger dienten Glimmer und α -Aluminiumoxid-Einkristalle. Aluminiumoxidoberflächen mit atomar flachen Terrassen wurden durch Heizen (1500 °C, mind. 6 h) von polierten Einkristallen mit bekannter Orientierung hergestellt.

Die Untersuchungen mit dem Rasterkraftmikroskop brachten folgende Ergebnisse:

Die atomare Struktur auf Molybdänsulfid-Einzelschichten konnte nur auf einigen Proben mit Glimmer als Substrat aufgelöst werden. Dabei wurde eine hexagonale Atomordnung wie auf der (0001)-Fläche von MoS_2 -Einkristallen gefunden. In einigen Fällen wurden nichthexagonale Strukturen beobachtet, die mit der Interkalation von Lithium begründet wurden, bei der die trigonal-prismatische Struktur des MoS_2 in eine verzerrt-oktaedrische Struktur übergeht.

Da das Molybdänsulfid die Trägeroberfläche nicht vollständig bedeckte, konnte die Reibung und Elastizität mit dem Rasterkraftmikroskop gleichzeitig auf beiden Materialien gemessen werden. Zur Bestimmung des Reibungskoeffizienten wurde die Reibung als Funktion der Normalkraft gemessen. Alle Messungen wurden unter Stickstoffatmosphäre bei relativen Feuchtigkeiten zwischen 0 und 80 % durchgeführt.

Die Reibung als Funktion der Normalkraft zeigte für Glimmer und Aluminiumoxid einen linearen Verlauf. Auf Molybdänsulfid wurde besonders bei hohen Feuchtigkeiten ein nichtlinearer Zusammenhang gefunden, der am besten mit Hilfe der Hertz-Funktion beschrieben werden konnte.

Der Reibungskoeffizient und die Elastizität auf Glimmer hängen stark von der Feuchtigkeit ab. Bei 40 % relativer Feuchtigkeit wird eine starke Zunahme der Reibung und der Elastizität beobachtet, die mit der Ausbildung einer eisähnlichen Wasserschicht zusammentrifft. Bei Feuchtigkeiten über 65 % wirkt die Wasserschicht auf Glimmer wie ein Schmiermittel und reduziert die Reibung wieder. Auf MoS_2 und Aluminiumoxid wird nur eine Monolage Wasser adsorbiert, so daß Reibung und Elastizität relativ unabhängig von der Feuchtigkeit sind.

2 Abstract

The subject of this thesis was the investigation of friction, elasticity and surface structure with an atomic force microscope (AFM). The materials of interest were molybdenum sulphide single layers, which were deposited on mica or alumina single crystals.

MoS₂ single layers are molecularly thin MoS₂ platelets with some hundreds of nm lateral extension. They were obtained by the following procedure: Lithium was intercalated into MoS₂ powder from a solution of butyl lithium in n-hexane. Single layers were formed when the powder was introduced into water under ultrasonic treatment. A drop of the water/MoS₂ suspension was deposited on the support, dried in air and investigated by AFM. As support, mica and alumina single-crystals were used. Before use, the alumina crystals were heated to 1500°C for at least 6 h to obtain atomically smooth surfaces.

AFM measurements were performed in a nitrogen atmosphere under controlled humidity between 0 and 80 %. The results may be summarised as follows:

Atomic resolution on MoS₂ single layers showed in some cases hexagonal arrangement of the atoms with the same unit cell dimensions as on the (0001)-plane of crystalline MoS₂. Also, non-hexagonal structures were found, that may be attributed to the intercalation of lithium in the production process. The trigonal prismatic structure of MoS₂ changes to a distorted octahedral structure.

MoS₂ single layers did not cover the whole surface area of the substrate and therefore, friction and elasticity could be measured simultaneously on two materials. To derive friction coefficients the friction force was measured as a function of the normal load. These measurements showed a linear behaviour for mica and alumina, while on MoS₂ a non-linear relationship was found at high humidities. It could be described with a Hertzian function.

The friction coefficient and the elasticity of mica depend strongly on the humidity. A contrast reversal in the corresponding AFM images was observed at about 40 and 65 % relative humidity. The increase the friction and the elasticity at 40 % humidity coincide with the formation of an ice like water film on mica. At humidities higher than 65 %, a thick water film on mica acts as a boundary lubricant and reduces the friction. In comparison with mica, friction and elasticity on MoS₂ and alumina changed little with humidity. On these materials only a monolayer of water is adsorbed and, as a consequence, the influence of water adsorption on the physical properties is low.