

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное бюджетное научное учреждение
«Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов»

На правах рукописи

РЕШЕТОВ Владимир Николаевич

**ФИЗИЧЕСКИЕ ОСНОВЫ И МЕТОДЫ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ГИБРИДНЫХ
РЕЗОНАНСНЫХ ДАТЧИКОВ В СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ
МИКРОСКОПИИ И ИНСТРУМЕНТАЛЬНОМ ИНДЕНТИРОВАНИИ**

01.04.07 – «Физика конденсированного состояния»

Диссертация на соискание ученой степени

доктора физико-математических наук

Москва 2017

Оглавление

Введение.....	6
Актуальность темы исследования	10
Степень разработанности темы исследования	11
Цели и задачи исследования.....	12
Научная новизна проведенного исследования	14
Теоретическая и практическая значимость работы	16
Методология и методы исследования	17
Предмет и объект исследования	17
Соответствие диссертации паспорту специальности.....	18
Положения, выносимые на защиту.....	19
Достоверность и обоснованность полученных результатов	22
Внедрение результатов исследования	23
Апробация работы	24
Личный вклад автора.....	25
Вклад соавторов в работу	26
Публикации	27
Физические особенности сканирующих нанотвердомеров.....	27
Глава 1 Основные модели, описывающие взаимодействия острия зонда с поверхностью	35
1.1 Базовые подходы сканирующей зондовой микроскопии.....	35
1.2 Упругие силы.....	40
1.3 Критерии начала пластической деформации	43
1.4 Адгезионные модели.....	45
1.5 Инструментальное индентирование: упругие и пластические деформации.....	56
1.6 Капиллярные силы.	59
1.7 Данные о толщинах слоев адсорбированных жидкостей.....	67

1.8	Вязкое растекание жидкости под острием зонда	68
1.9	Модели вязкоупругого взаимодействия	72
1.10	Упругопластическое столкновение тел	76
1.11	Сдвиг частоты колебаний зонда при его контакте с поверхностью	77
Глава 2	Основные подходы к конструированию сканирующих нанотвердомеров	81
2.1	Описание элементов конструкции приборов	82
2.2	Конструктивные особенности зондовых датчиков СЗМ «НаноСкан»	88
2.3	Динамические методы измерений	91
2.3.1	Непрерывное измерение жесткости	92
2.3.2	Картографирование механических свойств поверхности.	94
2.4	Измерение твердости методом ультразвукового контактного импеданса	96
Глава 3	Анализ автогенераторного тракта и принципов измерения параметров колебаний зонда в приборах «НаноСкан»	99
3.1	Конструкция и возможности серийной конфигурации сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-3D».....	99
3.2	Численный анализ зонда камертонной конструкции	108
3.3	Аналитическое рассмотрение пьезокерамического биморфного зонда в составе автогенераторного тракта	113
3.4	Анализ квазистационарного решения нелинейного уравнения колебаний	123
3.5	Свободные колебания зонда	129
3.6	Влияние привнесенных потерь на амплитуду колебаний зонда	131
3.7	Амплитудные и фазовые шумы измерительного автогенератора, оценка ширины его спектральной линии и их влияние на метрологические возможности резонансного зонда ...	134
Глава 4	Модели, описывающие изменение частоты колебаний зонда в процессе подвода острия индентора к поверхности	148
4.1	Анализ экспериментальных данных о форме острия индентора	148
4.2	Взаимодействие острия зонда с поверхностью по модели Герца. Расчеты и экспериментальная проверка.....	153

4.3 Контакт индентора в форме усеченного конуса с поверхностью. Расчеты и экспериментальная проверка.....	159
4.4 Упруго-пластическое взаимодействие с образцом. Расчеты и экспериментальная проверка.....	166
Глава 5 Анализ возможности измерения удельной локальной электропроводности материала с использованием гибридного пьезорезонансного зонда с токопроводящим индентором	175
5.1 Электрический ток при квазистатическом контакте индентора с поверхностью	175
5.2 Электрический ток при динамическом контакте индентора с поверхностью. Расчеты и экспериментальная проверка.....	178
5.3 Режим токового сканирования поверхности и измерения карт электропроводимости	181
Глава 6 Анализ физических явлений, влияющих на амплитуду колебаний зонда.....	191
6.1 Влияние слоя вязкой жидкости, находящейся на поверхности образца. Расчет и результаты модельного эксперимента.....	191
6.2 Оценка влияния капиллярных эффектов	199
6.3 Влияние вязкоупругих свойств образца на поведение резонансного зонда. Аналитическая модель и экспериментальная проверка.	201
6.4 Оценка механических потерь, обусловленных пластической деформацией образца...	206
6.5 Анализ влияния полосно-пропускающего фильтра тракта возбуждения на амплитуду автоколебаний зонда.	209
Глава 7 Построение карт механических свойств поверхности методом многоканального сканирования	216
7.1 Оценка сдвига резонансной частоты, при которой происходит пластическая деформация поверхности.....	216
7.2 Картографирование модуля упругости. Экспериментальное подтверждение возможности.....	222
7.3 Картографирование отношения твердости к квадрату модуля упругости. Экспериментальное исследование влияния рельефа поверхности на точность измерений. ..	227
Заключение	245
Список сокращений	251

Список литературы	252
Приложение А.	262
Приложение Б.....	290
Приложение В.....	308

Введение

Методы сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) и наноиндентирования, родившиеся примерно одновременно (80-е годы XX века), некоторое время развивались независимо друг от друга. Практические задачи, связанные с исследованиями в области наноразмерных структур и развитием био и нанотехнологий, вынудили разработчиков этих двух классов приборов решать сходные проблемы и невольно идти навстречу друг другу. Так наноинденторы со временем научились сканировать своим алмазным зондом исследуемую поверхность, а атомно-силовые микроскопы (АСМ) начали оценивать механические свойства исследуемых материалов во время получения топографического изображения образца с помощью кремниевого кантилевера.

Такое встречное движение не привело к появлению универсального АСМ, способного одинаково хорошо сканировать поверхность и измерять механические свойства исследуемых структур методами инструментального наноиндентирования. На пути создания такого рода универсального измерительного прибора возникли не только технические трудности, но и ряд непростых научных задач из области физики конденсированного состояния, контактного взаимодействия и колебательного поведения резонансных систем.

Одним из примеров такого рода междисциплинарного подхода и попытки совмещения в одном измерительном приборе функции сканирования с нанометровым пространственным разрешением и режима инструментального индентирования являются приборы семейства «НаноСкан», разработанные и производимые в России.

В 90-е годы прошлого века прибор «НаноСкан» создавался как вариант АСМ и использовал в качестве зонда пьезокерамический датчик камертонного типа. За прошедшее с тех пор время исходная конструкция прибора претерпела ряд существенных изменений и превратилась в сканирующий нанотвердомер, совмещающий в себе ряд измерительных возможностей свойственных как АСМ, так и наноинденторам.

С использованием данного прибора и разработанных методик был получен целый ряд интересных научных результатов, касающихся механических, электрических и трибологических свойств новых конструкционных материалов и уникальных изделий. Упоминание о них можно найти в Приложении А и Б к данной диссертации, где представлены результаты и список научных публикаций полученных с использованием гибридных резонансных датчиков, рассматриваемых в данной работе.

Данная диссертационная работа посвящена развитию теории и практики использования зондовых методов для исследования геометрических, механических и электрических свойств материалов находящихся в конденсированном состоянии. Теоретически обоснована и экспериментально подтверждена возможность проведения такого рода измерений с нанометровым пространственным разрешением. Был проведен комплексный анализ широкого круга физических процессов, связанных с работой сканирующих зондовых микроскопов и приборов, осуществляющих инструментальное индентирование. Рассмотрены физические процессы, происходящие в области взаимодействия зондирующего острия с исследуемой твердой поверхностью, проанализированы базовые принципы конструирования сканирующих нанотвердомеров и определены технически достижимые характеристики для такого рода приборов, использующих в качестве чувствительного элемента гибридный резонансный датчик, работающий в составе автогенераторной схемы возбуждения колебаний острия зонда.

Предложены и верифицированы физические модели функционирования основных узлов сканирующих нанотвердомеров. Описан принцип работы автогенераторной схемы возбуждения колебаний зонда и возможности извлечения максимального объема информации о свойствах исследуемого материала за счет совместной обработки данных с различных измерительных каналов. На примере приборов семейства «НаноСкан» детально рассмотрена модель сканирующего нанотвердомера с пьезорезонансным гибридным датчиком камертонной конструкции и предложен ряд оригинальных измерительных методик, предназначенных для изучения механических и электрических свойств гетерогенных и наноструктурированных материалов. С использованием данного прибора вместе с коллективом соавторов проведено исследование широкого круга конструкционных материалов.

Рассмотрены принципы расчета рабочих характеристик и способы проектирования основных механических и электронных узлов сканирующих нанотвердомеров, использующих резонансный датчик в качестве чувствительного элемента и имеющих в своем составе датчики перемещения индентора и силы его прижима к поверхности.

Предложен и верифицирован ряд физических моделей процессов, происходящих в области контакта осциллирующего алмазного острия с исследуемым материалом в условиях чисто упругого и упруго пластического взаимодействия. Рассмотрены физические механизмы, приводящие к сдвигу частоты и демпфированию резонансных колебаний при частичном и полном контакте зондового острия с поверхностью объекта исследования. Получены аналитические зависимости, позволяющие производить численное картографирование твердости, модуля Юнга и удельной электропроводности исследуемого однородного и гетерогенного материала.

Физическое обоснование возможности количественного картографирования механических и электрических свойств материалов в процессе их сканирования резонансным зондом стало возможно благодаря детальному анализу процессов, происходящих в области контакта зондирующего острия с исследуемой поверхностью. Выявленные взаимосвязи этих микроскопических процессов с измеряемыми макроскопическими параметрами резонансного зонда, используемого для картографирования механических и электрических свойств материалов в ходе сканирования их топографии, позволили создать научную основу для развития измерительных приборов с резонансными контактными датчиками.

Проанализирован опыт эксплуатации и разработки такого рода приборов. Сделана оценка предельно достижимых технических характеристик прибора, соединяющего в себе функции сканирующего зондового микроскопа и наноиндентора. Сформулированы требования к электронному и программному обеспечению, необходимому для наиболее полной реализации метрологических возможностей сканирующих нанотвердомеров с гибридным резонансным датчиком. Проведен анализ путей совершенствования сканирующих нанотвердомеров. В ходе работы над диссертацией разработано несколько поколений сканирующих нанотвердомеров семейства «НаноСкан», налажено их серийное производство и проведено исследование механических свойств широкого круга уникальных материалов и функциональных покрытий.

В данной диссертационной работе рассмотрены физические модели различных режимов работы сканирующих нанотвердомеров и проведена оценка их предельных измерительных возможностей. При разработке моделей и их верификации в качестве рабочих инструментов использовались приборы семейства «НаноСкан». Именно на этих приборах проводилась экспериментальная проверка предложенных физических моделей.

Основной задачей данной работы было физическое обоснование правомочности ряда измерительных методик и расширение функциональных возможностей сканирующих нанотвердомеров. Практически все научные результаты, полученные в ходе исследования, были использованы при разработке нового поколения приборов семейства «НаноСкан» с расширенными функциональными возможностями в области СЗМ и наноиндентирования.

В ходе исследований, связанных с разработкой методик и использованием сканирующих нанотвердомеров, с участием или под руководством соискателя было написано более 20 дипломных работ студентами МИФИ, МИСиС и МФТИ. Полученные знания внедрены в учебные курсы МИФИ и МФТИ, подготовлено и успешно защищено восемь кандидатских и одна докторская диссертация, выполнено несколько НИР, ПНИЭР и ОКР. Налажено мелкосерийное производство приборов «НаноСкан», получено двенадцать положительных решений по заявкам на изобретение и опубликовано более сотни статей в журналах.

Полученные результаты использованы при создании двух государственных эталонов в области измерения линейных размеров структур и твердости материалов.

Данная диссертационная работа привела к теоретическому обоснованию ряда экспериментальных методов изучения физических свойств однородных и гетерогенных материалов с субмикронным пространственным разрешением и разработке соответствующих методик измерения. Это стало возможно благодаря соединению подходов, свойственных сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентированию, и решению ряда задач из областей физики конденсированного состояния, научного приборостроения и поведения автоколебательных систем.

Полученные результаты применимы к широкому классу приборов, измеряющих механические свойства твердых тел контактными способами. Они будут полезны при разработке новых экспериментальных методов изучения физических свойств материалов и создании измерительного оборудования, используемого при изучении структуры и состояния однородных и гетерогенных материалов. Использование алмазных инденторов в качестве зондирующего инструмента позволяет достигать практически во всех твердых материалах такого уровня механических напряжений, при котором наблюдаются пластическое течение исследуемого материала и присутствующие фазовые переходы.

Кандидатская диссертация соискателя «Акустически индуцируемые ориентационные явления в нематических жидких кристаллах» была посвящена физике жидких кристаллов и связана с изучением ориентационных неустойчивостей жидких кристаллов и разработкой оптических датчиков различных физических величин, использующих в качестве чувствительного элемента нематические жидкие кристаллы. По данной теме, близкой к специальности «Физика конденсированного состояния», опубликовано более 10 научных статей и получено 4 патента. Вместе с коллегами за «Исследования акустооптических эффектов в жидких кристаллах и волоконных световодах» в 1988 году автор стал лауреатом Премии Ленинского комсомола в области науки и техники.

Результаты, связанные с использованием НЖК для регистрации гидроакустических, звуковых и сейсмических сигналов, в текст данной диссертации не включены, поскольку являются самостоятельной, логически заверенной работой, слабо связанной с темой представленной диссертации. Хотя, естественно, использование именно камертонного пьезорезонансного датчика и оптических методов регистрации его изгиба в приборах семейства «НаноСкан» было обусловлено опытом автора и научными результатами, полученными в годы его работы в Акустическом институте им. Академика Н.Н. Андреева.

Актуальность темы исследования

Актуальность представленной к защите диссертации обусловлена важностью задачи изучения механических свойств наноструктурированных материалов и тонких функциональных покрытий, используемых в современном машиностроении. Не менее важной задачей является разработка нового типа измерительного оборудования – сканирующих нанотвердомеров. На момент начала исследований (90-е годы прошлого века) таких приборов не было, отсутствовал физический анализ и понимание целого ряда процессов, происходящих в области контакта осциллирующего острия зонда сканирующего микроскопа с исследуемым материалом. В особенности эта задача была актуальна для приборов с пьезорезонансными зондами, в том числе для сканирующих нанотвердомеров семейства «НаноСкан».

Примененный в приборах «НаноСкан» подход к конструированию чувствительного зонда и автоколебательный режим его возбуждения не являются типичными для разработчиков АСМ, поэтому они не были так подробно исследованы, как классические зондовые сканирующие микроскопы (СЗМ) с кремниевыми кантилеверами. В итоге полноценная физическая модель этой оригинальной конструкции сканирующего нанотвердомера была создана именно у нас в стране под руководством и при непосредственном участии соискателя.

Выбор в качестве базовых объектов приборов «НаноСкан» не привел к ограничению общности полученных результатов, и большинство разработанных моделей применимы к любому прибору, способному измерять сдвиг резонансной частоты колебаний зонда, среднюю силу прижима, амплитуду колебаний зондирующего острия и силу электрического тока в процессе сканирования или индентирования.

Было показано, что, имея такой набор измерительной информации, возможно измерение модуля упругости и приведенного значения твердости тонкого слоя исследуемого материала (H/E^2) прямо в ходе сканирования формы поверхности образца.

Актуальным результатом является аналитическое описание взаимосвязи величины электрического тока, протекающего через область контакта осциллирующего токопроводящего острия зонда с поверхностью, сдвига резонансной частоты и силы прижима с удельной электропроводностью образца в области контакта. Не менее важны результаты анализа различных механизмов потерь, приводящих к уменьшению добротности колебательной системы зонда при его контакте с поверхностью образца.

Одним из принципиальных результатов, полученных в ходе данной междисциплинарной работы, является установление критериев, позволяющих для материалов с известными

механическими свойствами (твёрдость и модуль Юнга) определить рабочий режим возбуждения пьезорезонансного зонда и уровень прижима острия индентора к поверхности, при которых возможно неразрушающее исследование топографии поверхности образца методами СЗМ.

Проведенное исследование было основано на базовых принципах физики конденсированного состояния, носило аналитический характер, сопровождалось экспериментальной проверкой модельных предположений, доводилось до функционально законченных приборов и зарегистрированных методик измерения, и было направлено на повышение информативности данных, получаемых в ходе сканирования поверхности исследуемого образца гибридным резонансным датчиком. Оно позволило расширить функциональные и методические возможности серийных приборов «НаноСкан», привело к созданию ряда уникальных экспериментальных установок с предельно высокими метрологическими возможностями и позволило получить важную информацию о механических свойствах целого ряда новых конструкционных материалов.

Степень разработанности темы исследования

На момент начала исследований, приведших к написанию данной диссертационной работы, приборов типа сканирующих нанотвердомеров не существовало. Конструктивные решения в виде гибридного камертонного пьезорезонансного зонда, автогенераторного способа возбуждения и оптического способа регистрации изгиба зонда были предложены соискателем и успешно реализованы в приборах семейства «НаноСкан», являющихся сегодня типичным примером сканирующего нанотвердомера. Оригинальность разработки подтверждена целым рядом патентов, полученных соискателем в соавторстве с коллегами.

На момент начала разработки прибора, физические модели работы пьезорезонансного зонда в составе СЗМ отсутствовали, но были экспериментальные данные, демонстрирующие чувствительность такого зонда к механическим и электрическим свойствам исследуемой поверхности, и было понятно, что задача количественного измерения механических и электрических свойств в ходе сканирования разрешима. При этом большинство методик измерения, используемых в то время атомно-силовыми микроскопами, носили полуэмпирический характер и требовали предварительной калибровки прибора на тестовых структурах с известными механическими и электрическими свойствами.

Основные теоретические подходы к решению задачи создания физической модели процессов, происходящих в сканирующих нанотвердомерах, на момент начала работы были понятны только в общих чертах, и только некоторые частные задачи из физики конденсированного состояния были решены применительно к СЗМ, методу инструментального индентирования и использованию пьезорезонансных датчиков.

Базовые принципы конструирования электронного обеспечения так же не были разработаны, и требовалась грамотная адаптация традиционных подходов к конкретной совокупности приборных особенностей. Основной задачей данного исследования было соединение методов анализа из различных областей физики и электроники в единую модель, позволяющую связать измеряемые характеристики резонансного зонда с механическими и электрическими свойствами исследуемого материала.

В результате проделанной работы большинство из актуальных физических и технических задач связанных с измерением геометрических, механических и электрических свойств твердых тел методами СЗМ и наноиндентирования с использованием гибридного резонансного датчика были успешно решены. Полученные результаты являются вкладом в разработку экспериментальных методов изучения физических свойств твердых однородных и гетерогенных материалов с субмикронным пространственным разрешением в диапазоне механических воздействий, приводящих к пластической деформации исследуемого материала.

Цели и задачи исследования

Основной целью работы была разработка новых методов измерения физических свойств твердых материалов и выявление путей совершенствования конструкции сканирующих нанотвердомеров. Была проведена разработка ряда новых методик измерения и теоретическое обоснование эмпирических закономерностей и экспериментальных особенностей работы приборов семейства «НаноСкан».

Целью работы было физическое обоснование возможности измерения таких характеристик твердых, токопроводящих и вязкоупругих конденсированных материалов, как твердость, модуль упругости, удельная электропроводность и просто топография в процессе сканирования их поверхности гибридным пьезорезонансным зондом, возбуждаемым автоколебательным способом.

Основной физической задачей, решаемой в ходе выполнения работы, было установление функциональной взаимосвязи между измеряемыми параметрами гибридного резонансного

зонда и физическими свойствами исследуемого материала в области контакта осциллирующего твердого острия зонда с поверхностью.

В ходе выполнения диссертационной работы впервые были решены следующие частные научные задачи:

- предложены физические принципы построения и разработаны конструкция сканирующего нанотвердомера и его электронное обеспечение. В дальнейшем была проведена их модернизация с целью расширения функциональных и метрологических возможностей прибора (при участии автора создано семейство приборов «НаноСкан»);

- получены аналитические оценки потенциальных возможностей использования гибридных резонансных зондов в сканирующей зондовой микроскопии и инструментальном индентировании;

- проанализирована работа автогенераторной схемы возбуждения пьезорезонансного зонда и определены такие ее характеристики, как чувствительность, быстродействие и шумы по амплитудному и частотному измерительным каналам (показано, что пьезорезонансный зонд камертонной конструкции с резонансной частотой (10-20) кГц, изгибной жесткостью веточек камертона (30-300) кН/м и жесткостью ножки камертона (0,1-30) кН/м может использоваться как для неразрушающего сканирования большинства твердых материалов, так и для измерения их приведенной индентационной твердости и модуля Юнга в процессе сканирования);

- рассмотрены основные механизмы вязкоупругих, адгезионных и пластических механических потерь, возникающих при контакте твердого острия осциллирующего зонда с исследуемой поверхностью в условиях присутствия и отсутствия вязких жидких слоев на поверхности образца (показана доминирующая роль вязких и пластических потерь в демпфировании колебаний резонансных зондов);

- получены аналитические соотношения, связывающие сдвиг резонансной частоты осциллирующего зонда при его частичном и полном контакте с поверхностью образца с механическими свойствами исследуемого материала (предложенные модели позволили при многопараметрическом сканировании и силовой спектроскопии исключить из расчетных соотношений такую характеристику острия индентора как его эффективный радиус кривизны);

- обоснована теоретически и подтверждена экспериментально возможность количественного измерения модуля упругости и твердости образца методом кривых подвода и в процессе сканирования его поверхности резонансным зондом (полученные результаты легли в основу базовых измерительных методик, реализованных в приборах семейства «НаноСкан»);

- аргументирована необходимость одновременного измерения комплекса динамических и статических параметров зонда для количественной характеристики механических свойств

исследуемого материала (такой подход позволяет осуществить взаимную верификацию данных, получаемых по различным измерительным каналам, и дает более адекватное представление о свойствах гетерогенных материалов и многослойных покрытий);

- дано аналитическое описание режима токовых измерений и введен ряд функциональных зависимостей между измеряемыми величинами, позволяющих количественно определять удельную электропроводность исследуемого материала (взаимная увязка электрических и механических измеряемых величин привела к выявлению ряда инвариантных по отношению к глубине внедрения острия токопроводящего индентора соотношений и позволила кардинально повысить точность измерений за счет статистической обработки всей токово-силовой кривой подвода);

- определены количественные критерии неразрушающего сканирования резонансным зондом материала с известными механическими свойствами (показано, что используя пьезорезонансный зонд камертонной конструкции с вполне макроскопическими параметрами (длина 10 мм, ширина и толщина пьезокерамического биморфного элемента соответственно 3 мм и 1 мм) можно создавать СЗМ, имеющие латеральное разрешение десятки нм и разрешение по высоте рельефа лучше 1 нм);

- проведено исследование ряда тестовых и модельных материалов и структур с использованием разработанных физических моделей, новых методик измерения и подходов к обработке экспериментальных данных (полученные данные были использованы при исследовании механических свойств и отработке технологии производства ряда новых конструкционных материалов, исследовании свойств гетерогенных образцов, тонких функциональных покрытий и поверхностно упрочненных материалов);

- осуществлена разработка метрологического атомно-силового микроскопа, соединившего в единую конструкцию трехкоординатный гетеродинный интерферометр и сканирующий зондовый микроскоп с пьезорезонансным зондовым датчиком (изготовленные приборы используются в МИФИ, МФТИ, ВНИИФТРИ, ВНИИМС).

Научная новизна проведенного исследования

Были разработаны научные основы проектирования и использования сканирующих нанотвердомеров с чувствительным элементом в виде гибридного резонансного датчика для исследования механических и электрических свойств однородных и гетерогенных веществ и материалов находящихся в конденсированном состоянии.

Впервые было дано физическое обоснование ряда оригинальных методик измерения механических и электрических свойств наноструктурированных материалов с использованием приборов семейства «НаноСкан».

Были получены аналитические модели, связывающие сдвиг резонансной частоты, амплитуду колебаний и силу прижима осциллирующего зонда с упругими характеристиками и твердостью исследуемого образца в случае контакта с поверхностью закрепленного на зонде индентора определенной формы.

Впервые была обоснована теоретически и подтверждена экспериментально возможность количественного измерения модуля упругости и приведенной индентационной твердости образца методом кривых подвода, а также в процессе сканирования его поверхности пьезорезонансным зондом, входящим в состав автогенераторного тракта. При этом в качестве исходных величин при расчете используются сдвиг резонансной частоты, амплитуда колебаний и сила прижима зонда к поверхности.

Было дано аналитическое описание режима токовых измерений и введен ряд функциональных зависимостей измеряемых величин, позволяющих количественно определять величину локального удельного сопротивления исследуемого материала.

Впервые были определены количественные критерии возможности неразрушающего сканирования материала с известными механическими свойствами пьезорезонансным зондом с твердым индентором.

Были сформулированы требования к тракту радиоэлектронного обеспечения и обоснована необходимость использования цифровых методов обработки информации и управления параметрами тракта возбуждения и регулирования в режиме реального времени.

Впервые были исследованы механические свойства ряда тестовых материалов и структур с использованием разработанных физических моделей, новых методик измерения и подходов к обработке экспериментальных данных.

Был проведен комплексный анализ работы СЗМ с резонансным зондом и рассмотрен ряд задач, находящихся на стыке физики конденсированного состояния и смежных дисциплин: гидродинамики, акустики, электродинамики и теорий упругости, колебаний и пьезоэлектриков.

С использованием разработанных подходов были созданы уникальные метрологические измерительные установки на основе атомно-силовых микроскопов, сопряженных с лазерным трехкоординатным гетеродинным интерферометром.

Проведенные научные исследования привели к созданию нового типа приборов – сканирующих нанотвердомеров, позволяющих с субмикронной точностью картографировать геометрические, механические и электрические свойства материала, из которого изготовлен

исследуемый образец, а также исследовать зависимость указанных свойств от глубины погружения острия индентора в тестируемый материал.

Теоретическая и практическая значимость работы

Данная работа стала научным вкладом соискателя в разработку нового поколения приборов – сканирующих нанотвердомеров, предназначенных для изучения физических свойств однородных и гетерогенных материалов, в том числе изготовленных с использованием аддитивных технологий. Научные результаты были востребованы при разработке ряда новых измерительных методик и позволили создать уникальные измерительные установки, вошедшие в состав ряда ЦКП и Государственных эталонов. Была решена важная научно-техническая задача – налажено мелкосерийное производство приборов семейства «НаноСкан».

Основным результатом данной диссертационной работы является обоснование возможности количественного измерения механических и электрических свойств исследуемого материала с нанометровым пространственным разрешением при использовании резонансного зонда в составе СЗМ или наноиндентора. Полученные с использованием такого подхода физические модели и экспериментальные данные расширяют объем знаний в области физики конденсированного состояния и открывают возможности для дальнейшего развития научного приборостроения в области СЗМ и наноиндентирования. В ходе выполнения работы был разработан ряд оригинальных экспериментальных методов изучения физических свойств материалов с субмикронным пространственным разрешением.

Полученные данные о демпфировании колебаний резонансного зонда и сдвиге его собственной частоты при контакте наноразмерного острия с поверхностью исследуемого материала имеют большое значение для анализа целого ряда контактных явлений, наблюдаемых в различных механических устройствах и узлах трения при наличии вибрационных и акустических воздействий.

Важным практическим результатом проделанной работы является усовершенствование приборов семейства «НаноСкан» и существенное расширение их метрологических и функциональных возможностей в области измерения механических и электрических свойств материалов с субмикронным пространственным разрешением.

Проведенный теоретический анализ ряда физических явлений связанных с использованием гибридного резонансного датчика привел к углублению понимания

взаимосвязи между микроскопическими процессами происходящими в области контакта острия индентора и макроскопическими характеристиками резонансного датчика.

Методология и методы исследования

Проводимые исследования носили продолжительный характер и использовали оборудование и научно-техническую базу большого числа научных учреждений, включая Акустический институт им. Н.Н.Андреева, ИФТТ РАН, НТ МДТ, ГУ МФТИ и НИЯУ МИФИ. Основная и решающая часть работы была проведена с использованием возможностей Центра Коллективного Пользования ФГБНУ ТИСНУМ и приборной базы отдела «Исследования физико-механических свойств» данного института.

Базовой методологией работы был синтез разнообразных междисциплинарных подходов в единое описание сложной физической системы. При этом использовались традиционное аналитическое описание, базирующееся на уравнениях математической физики. Проведенное исследование основано на классическом рассмотрении всех протекающих процессов без привлечения квантовой механики и методов молекулярной динамики. При расчетах все среды рассматривались как сплошные и описывались своими макроскопическими параметрами.

При этом ключевым моментом используемого метода было всестороннее физическое исследование обнаруженных явлений и особенностей работы прибора с целью выяснения возможности расширения метрологических возможностей и оптимизации технических характеристик сканирующего нанотвердомера, а так же минимизации влияния тепловых и прочих шумов на результаты измерений.

Существенной особенностью проведенного исследования было доведение теоретических предположений до практической реализации и проверка предложенных научных подходов в составе функционально законченных измерительных приборов и методик выполнения измерений. Экспериментальную проверку прошли все результаты, полученные аналитическим путем.

Предмет и объект исследования

Предметом данного исследования были физические модели, описывающие взаимосвязь механических и электрических свойств исследуемой поверхности с колебательными и статическими параметрами резонансного зонда, используемого для сканирования и

индентирования поверхности. Объектом исследования были физические взаимосвязи и приборы, совмещающие функцию сканирования поверхности с возможностью индентирования. Детальному анализу был подвергнут резонансный зонд с твердым индентором. Были определены основные характеристики гибридного резонансного зонда, критически влияющие на возможность количественного измерения механических и электрических свойств гетерогенных материалов с нанометровым пространственным разрешением.

Соответствие диссертации паспорту специальности

Представленные научные результаты касаются разработки методов изменения физических свойств кристаллических и аморфных, неорганических и органических веществ в твердом состоянии при различных внешних условиях. Исследования относятся ко 2 пункту паспорта специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния» и содержат «Теоретическое и экспериментальное исследование физических свойств неупорядоченных неорганических и органических систем». Эти исследования касаются анализа ряда физических процессов, связанных с работой пьезорезонансного зонда и происходящих в области контакта зондового острия с исследуемым материалом, и их взаимосвязи с измеряемыми сканирующими нанотвердомерами физическими величинами. В работе также приведены результаты ряда исследований конструкционных материалов и полученные с использованием разработанных подходов новые экспериментальные данные. Основной объем полученных с использованием разработанных подходов результатов описан в Приложениях А и Б.

Представленные исследования соответствуют первой части 6 пункта паспорта данной специальности: «Разработка экспериментальных методов изучения физических свойств материалов». Работа содержит физическое обоснование ряда измерительных методик, используемых в приборах семейства «НаноСкан» и позволяющих измерять форму поверхности, модуль Юнга, индентационную твердость и удельное электрическое сопротивление исследуемого материала с субмикронным латеральным разрешением.

Ключевым результатом исследования является возможность измерения этих характеристик у гетерогенных и композиционных материалов, а также многослойных функциональных покрытий и поверхностно упрочненных изделий. Это достигается благодаря использованию гибридного резонансного зонда и возможности локализации анализируемых физических процессов в областях материала размером менее одного микрометра.

Проведенное исследование содержит анализ широко круга физических явлений, связанных с измерением рельефа, твердости, модуля упругости и электропроводности методами сканирующей зондовой микроскопии и инструментального индентирования с

использованием гибридного резонансного зонда камертонной конструкции у материалов находящихся в конденсированном состоянии.

В ходе выполненного исследования были разработаны новые методики выполнения измерений и приборы, зарегистрированные в Государственном Реестре РФ (Приложение В). Рассматриваемый тип чувствительного элемента, гибридный пьезорезонансный датчик, используется в оборудовании входящем в состав Государственного первичного специального эталона единицы длины в области измерений параметров шероховатости, ГЭТ 113-2014 (ФГУП ВНИИМС) и Государственного первичного эталона твердости по шкалам Мартенса, ГЭТ 211-2014 (ФГУП ВНИИФТРИ).

Положения, выносимые на защиту

1. Физическая модель сканирующего нанотвердомера «НаноСкан», описывающая процесс взаимодействия острия индентора, установленного на резонансном датчике, с поверхностью исследуемого материала и увязывающая локальные значения твердости и модуля упругости тестируемого материала с изменениями параметров резонансного зонда и силой прижима, включающая:

- Физические модели, связывающие между собой упругие свойства области контакта с резонансной частотой зонда, амплитудой его колебаний и силой прижима в полуконтактном режиме взаимодействия острия зонда с поверхностью. (Получены аналитические выражения, увязывающие указанные величины в легко разрешимые уравнения.)

- Физические модели, связывающие между собой упругие и пластические свойства области контакта с резонансной частотой зонда, амплитудой его колебаний и силой прижима в контактном режиме взаимодействия острия зонда с поверхностью. (Получены аналитические выражения, увязывающие указанные величины в легко разрешимые уравнения.)

- Физические модели, связывающие между собой упругие, пластические и электрические свойства области контакта с резонансной частотой зонда, амплитудой колебаний, силой прижима и электрическим током в контактном и полуконтактном режиме взаимодействия острия зонда с поверхностью. (Получен ряд соотношений, позволяющих исключить контактную площадь из формул, связывающих удельную электропроводность с омическим сопротивлением области контакта.)

- Анализ гидродинамических потерь, возникающих в области контакта острия колеблющегося зонда и исследуемой поверхности. (Получено аналитическое выражение

позволяющее оценить снизу величину вязких потерь для зонда с известными параметрами острия индентора и вязкими свойствами слоя приповерхностной жидкости.)

- Теоретическое и экспериментальное подтверждение возможности картографирования модуля упругости в процессе сканирования поверхности пьезорезонансным зондом с датчиком силы с субмикронным пространственным разрешением. (Продemonстрирована возможность количественного измерения модуля Юнга в процессе сканирования поверхности материалов с твердостью выше 1 ГПа и модулем Юнга больше 10 ГПа при работе с базовой конфигурацией приборов семейства «НаноСкан».)

- Теоретическое и экспериментальное подтверждение возможности картографирования приведенного значения твердости (H/E^2) в процессе сканирования поверхности пьезорезонансным зондом с датчиком силы с субмикронным пространственным разрешением. (Продemonстрирована возможность количественного измерения приведенной индентационной твердости в процессе сканирования поверхности материалов с твердостью выше 0,1 ГПа и модулем Юнга больше 1 ГПа при работе с базовой конфигурацией приборов семейства «НаноСкан».)

2. Описание работы гибридных резонансных датчиков в составе сканирующих зондовых микроскопов и нанотвердомеров, включающее:

- Анализ альтернативных конструкций резонансных датчиков для сканирующих нанотвердомеров. (Получены формулы позволяющие оценить потенциальные метрологические возможности обсуждаемой конструкции гибридного датчика и методов съема измерительной информации.)

- Анализ требований к аналоговому электронному обеспечению сканирующих нанотвердомеров и перспектив цифровизации электроники. (Сформулированы требования к полосе пропускания, коэффициенту усиления, виду используемого ограничителя и уровню приведенного к входу шума для схемы автогенератора.)

- Анализ статических, динамических и шумовых характеристик резонансных датчиков для СЗМ, работающих в составе автогенераторной схемы возбуждения. (Определены критерии работоспособности гибридных резонансных зондов и указаны пути совершенствования первичных преобразователей используемых в СЗМ.)

- Анализ метрологических характеристик гибридных датчиков, работающих в режиме измерительного индентирования. (Аналитически и экспериментально продemonстрирована работоспособность гибридного резонансного датчика в составе сканирующего зондового микроскопа с субмикронным латеральным разрешением и в составе прибора для

инструментального индентирования с нанометровым разрешением по глубине и уровнем шума по каналу силы менее 1 мкН.)

- Формулировка основных принципов расчета резонансного гибридного чувствительного элемента сканирующих нанотвердомеров. (Получены аналитические соотношения, увязывающие технические параметры зонда с его метрологическими характеристиками.)

- Модель вязкоупругого взаимодействия и его влияния на параметры колебаний резонансного зонда, входящего в состав автогенератора. (Обосновано требование к запасу усиления и виду характеристики амплитудного ограничителя, входящего в состав автогенератора.)

- Обоснование возможности картографирования механических свойств материалов в процессе сканирования гибридным резонансным зондом. (Предложенный подход реализован в виде измерительных методик в приборах семейства «НаноСкан» и применим в других приборах, используемых для исследования механических свойств материалов.)

- Реализация режимов измерения, при которых осуществляется картографирование модуля Юнга и приведенной индентационной твердости исследуемого материала. (Проведено исследование ряда тестовых структур и экспериментальных образцов высокотехнологичной продукции.)

- Анализ протекания электрического тока через область контакта токопроводящего осциллирующего острия наноиндентора и увязка между собой измеряемых величин при разных уровнях прижима к поверхности. (Показана возможность оценки контактной площади на основе метода инструментального индентирования и измерения контактной жесткости по сдвигу резонансной частоты пьезорезонансного зонда.)

- Вывод и верификация инвариантных функциональных зависимостей, позволяющих на основе совместных измерений контактного тока и механических характеристик резонансного зонда определять локальные электрические свойства исследуемых материалов. (Полученные аналитические зависимости позволяют при многопараметрическом сканировании и силовой спектроскопии увязывать между собой электрические и механические свойства исследуемого материала в простые аналитические соотношения.)

- Обоснование возможности картографирования электрических свойств гетерогенных материалов в процессе сканирования за счет совместной обработки данных о локальном значении тока растекания и информации, получаемой с помощью гибридного резонансного датчика. (Проведено исследование образцов микроэлектронных изделий и легированного бором полупроводникового синтетического алмаза.)

3. Разработка научно-технической базы, позволившей создать несколько поколений сканирующих нанотвердомеров семейства «НаноСкан» и ряда оригинальных измерительных методик, а так же провести исследования ряда уникальных структур и материалов с использованием приборов, работающих на принципах, рассмотренных в данной диссертационной работе.

4. Научно-техническая поддержка разработки метрологического атомно-силового микроскопа на базе прибора «НаноСкан», сопряженного с трехкоординатным лазерным гетеродинным интерферометром, и создание на его основе ряда уникальных измерительных установок, вошедших в состав двух государственных эталонов Российской Федерации. Государственный первичный специальный эталон единицы длины в области измерений параметров шероховатости ГЭТ 113-2014 (ФГУП ВНИИМС) и Государственный первичный эталон твердости по шкалам Мартенса ГЭТ 211-2014 (ФГУП ВНИИФТРИ).

Достоверность и обоснованность полученных результатов

Все аналитические результаты подвергались неоднократной математической проверке, в том числе методами численного моделирования в специализированных программных пакетах. Анализируемые экспериментальные данные были получены на современном измерительном оборудовании, прошедшем все положенные поверки. Многие обсуждаемые зависимости измерены на приборах с различной рабочей конфигурацией функциональных модулей, расположенных в различных организациях и получены разными научными группами. Поэтому в методическом плане достоверность полученных результатов не вызывает никаких сомнений.

Естественно, основным методом верификации полученных теоретических результатов была экспериментальная проверка обнаруженных закономерностей на тестовых структурах и материалах. Практически все представленные в диссертации физические модели получили экспериментальное подтверждение и стали основой соответствующих измерительных методик, поддерживаемых приборами семейства «НаноСкан».

Все значимые результаты и положения, выносимые на защиту, опубликованы в рецензируемых журналах и докладывались на международных конференциях, наиболее важные в техническом плане защищены патентами на изобретение и полезные модели.

Часть предложенных подходов после экспериментальной верификации была использована при разработке специализированных измерительных СЗМ, вошедших в состав Государственного первичного специального эталона ГЭТ 113-2014 (ФГУП ВНИИМС) и

Государственного первичного эталона ГЭТ 211-2014 (ФГУП ВНИИФТРИ). Предложенные подходы докладывались Государственным комиссиям по приемке Эталонов и были признаны обоснованными.

Основные результаты в той или иной степени использовались при выполнении целого ряда НИР, ОКР и ПНИЭР в ФГБНУ ТИСНУМ и НИЯУ МИФИ. Представленные в ходе сдачи данных работ результаты были признаны достоверными и соответствующими тем ТЗ, по которым они выполнялись.

Под непосредственным руководством автора успешно защищено три кандидатских диссертации. С использованием результатов, представленных в печатных работах, где соискатель был соавтором, защищено две докторских, восемь кандидатских диссертаций и получена одна степень PhD.

Внедрение результатов исследования

Разработанные и изготовленные с участием автора сканирующие нанотвердомеры сегодня эксплуатируются в нескольких десятках научных, учебных и технологических организаций, как у нас в стране, так и за рубежом. С использованием полученных результатов в ФГБНУ ТИСНУМ налажено мелкосерийное производство линейки приборов под торговой маркой «НаноСкан». Ряд теоретически обоснованных методик измерения прошел Государственную регистрацию и используется при проведении исследований наноструктурированных материалов и тонких функциональных покрытий.

Проделанная автором работа по оценке измерительных возможностей пьезорезонансных зондов была использована при разработке двух специализированных приборов, созданных на базе СЗМ «НаноСкан» и трехкоординатного лазерного гетеродинного интерферометра, сопряженного с СЗМ, вошедших в состав ГЭТ 113-2014 (ФГУП ВНИИМС) и ГЭТ 211-2014 (ФГУП ВНИИФТРИ).

Научные результаты, полученные с применением разработанных методик, были использованы при выполнении ФГБНУ ТИСНУМ работ в рамках федеральной целевой программы (ФЦП) «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технического комплекса России на 2007-2012 годы» (ГК 02.531.11.9005 от 29.10.2007 и ГК 16.523.12.3003 от 16.05.2011 г., № 16.552.11.7014 от 29.04.2011 г.); ФЦП «Развитие инфраструктуры наноиндустрии в Российской Федерации на 2008-2010 годы» (договора

№041/2008 от 24.10.2008, и №051/2008 от 24.10.2008) и работ проводимых в НИЯУ МИФИ по ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» (контракт № П719).

Так же полученные результаты использовались при выполнении работ по ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы». Соглашение о предоставлении субсидии от 22 июля 2014 года №14.577.21.0088, уникальный идентификатор проекта RFMEFI57714X0088.

Апробация работы

Список конференций, на которых были представлены результаты диссертации, содержит более 50 наименований, ниже представлены наиболее интересные из них:

1. V.N. Reshetov, D. Ganzy, K.V. Gogolinsky, A.S. Useinov Measurement of young's modulus and electrical conductivity of materials during surface scanning. // 1st Nano Measure Scientific Symposium - 2010 Krakow, 3-4 June, Abstract book, pp.48-49
2. Maslenikov I.I., Reshetov V.N. New Relations for Mechanical and Electrical Response During Materials Testing in Different SPM Modes // Nanomeasure 2012. Palo Alto, US, 2012.
3. Kuznetsov, A. P. Kazieva, T. V. Gubskiy, K. L. Maslenikov, I. I. Reshetov, V. N. Heterodyne interferometer for the metrological assurance of the devices measuring physical properties of nanostructured materials. PNASC 2015, Physics Procedia, 2015, v. 72, p.189-193.
4. Maslenikov I.I., Useinov A.S., Reshetov V.N. Application of Piezoresonance Probe for the Mapping of Nanostructured Materials Mechanical Properties // XII Int. Conference on Nanostructured Materials. Moscow, 2014. C. 852.
5. Gogolinsky K.V., Kuznetsov, A.P., Maslenikov, I.I., Reshetov, V.N. Three coordinate heterodyne interferometer combined with the scanning probe microscope noise characteristics investigation // Nanomeasure 2013. Warsaw, Poland 2013.
6. A.I. Soshnikov, K.V. Gogolinsky, V.D. Blank, V.N. Reshetov, The measurement of electrical properties of nanostructures with use of conductive diamond tip // International Conference on Nanoscience and Technology 2006 Basel, CH - Proceedings
7. Useinov A.S., Gogolinskiy K.V., Reshetov V.N. Mutual consistency of mechanical testing at micro- and nanoscale // 9-th European symposium on nano-mechanical testing. Proceedings - 2008 - p.38

8. K.V. Gogolinskiy, V.F. Kulibaba, V.N. Reshetov, A.I. Soshnikov, A.S. Useinov, The measurement of mechanical and electrical properties of nanostructures with use of conductive diamond tip // NATO Advanced Research Workshop «Nanoscaled Semiconductor-On-Insulator Structures and Devices» 15-19 October 2006, Sudak, Crimea, Ukraine, Proceedings p. 65
9. Useinov A., Gogolinskiy K., Reshetov V., Metrological traceability of displacement control to the primary length standard in scanning probe microscopy techniques // Proceedings to International seminar on nanosciences and nanotechnology NANO4, Cuba, Havana, September 17-21, 2012
10. Useinov A., Gogolinskiy R., Useinov S., Reshetov V., Soloviev V. Mechanical testing techniques: From micro- to nanometer scales as investigated with scanning nano-hardness tester «NanoScan-3D» 10th European Conference on Non-Destructive Testing, Moscow 2010, June 7-11, Abstracts Part 2, p.320.
11. Fan X., Rochev Y., Kravchuk K., Nash M., Naumenko U., Reshetov V.B «Nanoscratch behavior of ultrathin thermoresponsive coatings» в сборнике: 24th European Conference on Biomaterials - Annual Conference of the European Society for Biomaterials Сеп. «24th European Conference on Biomaterials - Annual Conference of the European Society for Biomaterials, ESB 2011» 2011.

Личный вклад автора

Соискатель был одним из участников процесса создания сканирующих нанотвердомеров и с первых дней обеспечивал идейную, теоретическую, конструкторскую, методическую, отладочную и экспериментальную поддержку работ по созданию приборов семейства «НаноСкан» и обоснованию физических принципов их работы.

Все теоретические результаты, представленные в работе, получены либо автором лично, либо под его руководством студентами и аспирантами НИЯУ МИФИ, НИТУ МИСиС и ГУ МФТИ. Значительная часть экспериментальных данных, подтверждающих аналитические выводы, получена при непосредственном участии автора. При этом соискатель принимал активное участие, как в постановке исследовательских задач, так и в анализе условий проведения экспериментов, подборе и подготовке образцов, обработке полученных данных и корректировке конструкторской документации на изготавливаемое оборудование.

В публикациях по теме диссертации автор участвовал в постановках задач, физическом анализе и математическом моделировании, обработке полученных данных и формулировании

выводов. Работа проходила в плотном контакте с коллегами из отдела «Исследования Физико-Механических свойств» ФГБНУ ТИСНУМ, кафедр «Лазерной физики» и «Электронных измерительных систем» НИЯУ МИФИ и кафедры «Физики и химии наноструктур» ГУ МФТИ, как в теоретическом, так и в практическом плане.

Вклад соавторов в работу

Усеинов А.С. участвовал в обсуждении результатов и постановке задач, написал программное обеспечение, управляющее прибором и обрабатывающее экспериментальные данные, участвовал в обсуждении хода исследований и полученных результатов, отвечал на вопросы, связанные с особенностями работы программного обеспечения, управляющего приборами семейства «НаноСкан».

Гоголинский К.В. разработал современную электронную систему управления прибором, отрабатывал методики измерения, занимался метрологической аттестацией приборов, участвовал в конструировании приборов, обсуждении результатов, постановке задач и проведении экспериментальных исследований.

Мещеряков В.В. разрабатывал и настраивал радиоэлектронное обеспечение, испытывал готовые изделия и совершенствовал систему управления прибора.

Мелекесов Э.В. реализовывал предложенные схемотехнические решения и изготавливал радиоэлектронное обеспечение приборов «НаноСкан».

Логинов Б.А. разработал аналогово-цифровой контроллер ввода-вывода данных для «НаноСкан».

Усеинов С.С. провел большую экспериментальную работу по сравнению различных методов измерения твердости, реализованных в приборах семейства «НаноСкан».

Круглов Е.В. провел работы по оптимизации пьезорезонансного зонда и разработке цифрового интерфейса для связи с рабочими модулями приборов семейства «НаноСкан».

Кравчук К.С. проводил экспериментальные исследования широкого круга материалов с использованием разработанных методик.

Сошников А.И., Овсянников Д.И., Ганзий Д.А. разрабатывали модуль для измерения электрических свойств и проводили измерения токопроводящих образцов.

Прокудин С.В. и Баранова Е.О. принимали участие в отработке новых измерительных методик и верификации модельных представлений.

Соловьев В.В. проводил исследования метрологических характеристик приборов семейства «НаноСкан» и разрабатывал методики измерений.

Мелекесова С.Л. занималась разработкой конструкции приборов «НаноСкан» и подготовкой всей необходимой для организации мелкосерийного производства конструкторской документации.

Маслеников И.И. провел всесторонний анализ работы автогенераторной схемы возбуждения зонда и взаимосвязей измеряемых характеристик зонда с микроскопическими процессами, происходящими в области взаимодействия алмазного острия индентора с исследуемой поверхностью, позволивший реализовать количественное измерение механических и электрических свойств гетерогенных материалов во время сканирования формы их поверхности пьезорезонансным зондом.

Публикации

По данным Электронной библиотеки Elibrary.ru у соискателя 80 публикаций, из которых 60 по теме диссертации, общее число цитирований более 300. SPIN-код: 9010-5123, AuthorID: 30183. Основные результаты, полученные в диссертации, опубликованы в 60 печатных источниках, из которых 30 является реферируемыми журналами из списка ВАК. 35 научные работы проиндексированы в базах Scopus или Web of Science, из них 25 относятся к теме диссертации. Индекс Хирша автора по данным Elibrary.ru равен 8, по данным Scopus и Web of Science – 4. Получено 16 авторских свидетельств на изобретения, патенты и полезные модели РФ, из них 12 по теме диссертации.

Физические особенности сканирующих нанотвердомеров

Приборы, предназначенные для исследования механических свойств материалов с нанометровым пространственным разрешением, должны обладать рядом уникальных метрологических характеристик и содержать узлы, позволяющие взаимно позиционировать измерительный инструмент и объект исследования с требуемой точностью. Задача взаимного позиционирования предполагает не только наличие трехкоординатного столика, позволяющего перемещать объект или инструмент с нанометровой точностью, но и системы регистрации факта контакта острия инструмента с поверхностью исследуемого образца с разрешением по высоте лучше 0,1 нм.

В сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентировании используются датчики контакта, работающие на разных физических принципах. В атомно-силовой микроскопии с момента ее возникновения и по сегодняшний день основным методом является наблюдение за изгибом или амплитудой колебаний миниатюрного кантилевера с минимально возможной изгибной жесткостью и максимально высокой резонансной частотой собственных колебаний. Конструкции зондов и способы регистрации изгиба и амплитуды колебаний за четверть века развития СЗМ и АСМ существенно видоизменились, но суть осталась прежней: система регистрации изгиба или колебаний должна быть столь чувствительна, чтобы те изгибы зонда и изменения характера колебаний, которые вызывают силы, действующие между группами отдельных атомов, уверенно регистрировались на фоне тепловых шумов самого кантилевера и оптической схемы регистрации его изгиба. Успехи в разработке зондовых датчиков для АСМ и схем регистрации их изгибов и колебаний таковы, что современные приборы уверенно регистрируют колебания зондов, вызванные тепловыми флуктуациями, что активно используется для оценки изгибной жесткости кантилеверов и калибровки канала силы при осуществлении силовых измерений на АСМ. При этом уровень тепловых шумов зондов, предназначенных для исследования межмолекулярных сил, оказывается порядка нескольких десятков пН и с их помощью биохимики исследуют механические свойства и конформационные особенности белков и других биологических молекул.

Кантилеверы имеют форму миниатюрной консольной балки толщиной (2-5) мкм, шириной (20-30) мкм и длиной (100-200) мкм. Типичная изгибная жесткость современных кантилеверов для работы в контактном режиме колеблется от 0,1 Н/м до 10 Н/м при частоте первого резонанса от единиц кГц до десятков кГц, а для работающих в режиме «tapping mode» и полуконтактном режиме жесткость варьируется в диапазоне от 1 Н/м до 100 Н/м, при резонансных частотах от сотен кГц до единиц МГц. Тактовые частоты АЦП системы регистрации величины изгиба зонда достигают 10 МГц, что позволяет осуществлять полноценную цифровую обработку измерительной информации, наблюдая в деталях процесс отскока зонда от исследуемой поверхности при работе в tapping mode. Это обстоятельство позволяет ряду производителей говорить о том, что они могут с помощью АСМ не только рисовать топографию исследуемой поверхности, но и определять такие механические свойства, как модуль Юнга, твердость и адгезионную составляющую силы взаимодействия острия с поверхностью. Естественным физическим ограничением сверху для такого рода измерения оказываются механические свойства острия кантилевера, которое обычно формируется из кремния или нитрида кремния и только совсем недавно стало делаться из синтетического алмаза. Такого рода измерения не характерны для традиционной атомно-силовой микроскопии

и их появление в последние годы отражает общую тенденцию расширения круга измеряемых в процессе сканирования характеристик и попытки осуществления максимально возможного числа измерений в едином цикле сканирования.

Приборы для наноиндентирования в некотором смысле являются антиподами АСМ, поскольку в них используются далеко не микроскопические зондовые датчики с крайне низкой резонансной частотой, редко выходящей из интервала (10-1000) Гц. Эффективная жесткость системы подвеса измерительного инструмента и масса подвижной части у наноинденторов, как правило, существенно выше, чем у самых жестких и крупных кантилеверов (жесткость системы подвеса колеблется в интервале (100-10000) Н/м, а масса штока с алмазным острием (0,3-30) г). Почти всегда при наноиндентировании задается сила, с которой индентор давит на поверхность образца, и измеряется то расстояние, на которое переместился жесткий шток индентора при его погружении в поверхность исследуемого материала.

Значения уровня шума по силе и смещению взаимосвязаны между собой и находятся в диапазоне сотен нН и долей нм. Данная взаимная увязка носит принципиальный характер и обусловлена тем фактом, что при наноиндентировании всегда анализируются кривые зависимости силы от глубины внедрения, и шумы по обоим измерительным каналам влияют на точность получаемых, путем обсчета кривых подвода-отвода, значений модуля Юнга и твердости исследуемого материала. Резонансные частоты систем подвеса большинства серийных нанотвердомеров не превышают сотни Гц и это обстоятельство является одним из препятствий, мешающих получению качественных сканов поверхности исследуемого материала до и после осуществления измерительного индентирования. Имея уровень шума по каналу силы десятки нН эти приборы, тем не менее, не могут рисовать поверхность с усилием прижима существенно меньше единиц мкН. Одной из причин такой особенности является нелинейность системы подвеса: при перепаде высот сканируемой поверхности в единицы мкм упругая составляющая силы деформации пружины подвеса достигает сотен мкН и даже с учетом данных, полученных в ходе воздушного укола, не удастся обеспечить требуемую для качественного сканирования стабильность силы прижима. Естественно данная проблема исчезает, если сканирование осуществляется с помощью трехкоординатного нанопозиционера. В этом случае чувствительная система наноиндентора не участвует в отслеживании рельефа поверхности и просто служит индикатором контакта, однако, малое быстродействие системы измерения перемещения держателя зонда таким образом устранить нельзя и быстрое получение качественных картинок является непреодолимой для классических наноинденторов проблемой. Обычно, ее решают путем интеграции в состав прибора специального АСМ модуля, который

используется для получения изображений поверхности с нанометровым пространственным разрешением.

Одним из путей преодоления этих противоречащих друг другу требований (возможности измерительного наноиндентирования и быстрого качественного сканирования) является изменение режима работы датчика при переходе от индентирования к сканированию. Такой подход сродни использованию двух различных режимов работы зонда в АСМ: контактный с использованием информации о статическом изгибе и полуконтактный с возбуждением колебаний на резонансной частоте и контроле амплитуды и фазы возникающих колебаний. При этом в АСМ для данных режимов обычно применяются разные зонды, а в приборах семейства «НаноСкан» используется один и тот же, но работающий в разных режимах.

Исторически «НаноСкан» достаточно долго развивался как особый вид СЗМ с возможностью склерометрических измерений и поддержкой режима микроиндентирования, когда размер отпечатка, сделанного с известной силой, определялся путем его сканирования в полуконтактном режиме с помощью того же зонда, но работающего в составе автогенераторной схемы возбуждения колебаний. Более того, достаточно долго в этих приборах использовались только двухкоординатные сканеры, а Z координата сканируемой поверхности определялась и отслеживалась с помощью изгиба ножки пьезорезонансного камертона, используемого в качестве чувствительного элемента.

Затем конструкция зонда была модернизирована, и в нее добавили оптический датчик, позволяющий измерять реальный изгиб зонда в целом. Это существенно повысило линейность шкалы высот, убрало характерные для пьзокерамики эффекты ползучести и гистерезиса и позволило при использовании трехкоординатных нанопозиционеров реализовать режим измерительного наноиндентирования. В ходе описанных модификаций «НаноСкан» приобрел вид и функциональность, соответствующие его современному состоянию.

Исследования, представленные в данной диссертационной работе, были инициированы необходимостью создания физических моделей, объясняющих явления, возникающие при контакте острия, закрепленного на резонансном зонде, с поверхностью исследуемого образца. Многие из полученных результатов имеют достаточно общий характер и применимы как к СЗМ, использующим стандартные кремниевые кантилеверы, так и к наноинденторам, имеющим возможность автогенераторного возбуждения или цифрового контроля резонансных параметров системы подвеса алмазного индентора.

Работа над прибором, превратившимся со временем в сканирующий нанотвердомер «НаноСкан», началась в девяностые годы прошлого века. В то время приборостроение, основанное на методах сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентирования, только

еще зарождалось и во многих научно-исследовательских институтах Советского Союза и Мира сотрудники сами конструировали и изготавливали сканирующие зондовые микроскопы. Та команда, в результате деятельности которой родился «НаноСкан», сформировалась из выпускников МФТИ и студентов МИФИ. Начинали работы сотрудники ИФТТ РАН Сергей Прядкин и Анатолий Москалев, затем к ним присоединились Николай Кравченко, Владимир Решетов и Кирилл Гоголинский. На начальном этапе финансовую поддержку работ по созданию промышленного образца прибора нового типа осуществлял Александр Дуров, глава фирмы НТЕ.

Достаточно быстро данные работы получили поддержку со стороны Владимира Давыдовича Бланка, директора ФГБНУ ТИСНУМ. Именно в стенах данного института, усилиями выпускников МИФИ, МИСиС и МФТИ, исходный прототип прибора превратился в производимый по заказу сканирующий нанотвердомер «НаноСкан» и были разработаны основные измерительные методики, обеспечившие реальный интерес научных и технологических организаций к такого рода оборудованию. Сегодня коллективом разработчиков руководит выпускник МИФИ Алексей Усеинов. Работа была поддержана Министерством Науки и Образования, и на данный момент проведен не только ряд НИР и ПНИЭР по усовершенствованию прибора, но и в ФГБНУ ТИСНУМ успешно завершена ОКР «Разработка и организация опытно-промышленного производства автоматизированного измерительного комплекса для технологического контроля механических свойств наноструктурированных покрытий».

Работа по созданию прибора и налаживанию мелкосерийного производства сканирующих нанотвердомеров семейства «НаноСкан» носила комплексный характер, и в ней участвовал большой коллектив ученых различной специализации. Среди них были конструктора и технологи, специалисты в области электроники и программирования, материаловеды и метрологи и, конечно, физики основной задачей которых было понять и описать процессы и явления, лежащие в основе функционирования и обеспечивающие работоспособность данного семейства приборов.

Целью данной диссертационной работы является описание тех физических явлений, которые обеспечивают работу приборов типа «НаноСкан», и анализ потенциальных технических возможностей сканирующих нанотвердомеров. Отличительной особенностью рассматриваемой конструкции сканирующего зондового микроскопа является использование в качестве зонда резонансного датчика, включенного в состав автогенераторной схемы возбуждения его колебаний. Именно данное техническое решение обеспечило уникальность

набора технических и метрологических характеристик приборов семейства «НаноСкан» и повысило его конкурентоспособность на рынке научного приборостроения.

Сегодня можно определенно сказать, что поставленная 25 лет назад задача по созданию простого, надежного и multifunctional сканирующего зондового микроскопа для лабораторных, учебных и промышленных применений успешно решена. Более того использование оригинального пьезорезонансного зонда камертонной конструкции позволило не только создать прибор для исследования топографических свойств поверхности с нанометровым пространственным разрешением, но и обеспечило реализацию целого ряда других измерительных методик позволяющих определять механические, электрические и оптические свойства материалов с нанометровым пространственным разрешением. Во время работы по созданию прибора были найдены не только интересные технические решения, но и получены важные научные результаты, позволившие расширить познания в области сканирующей зондовой микроскопии, методов наноиндентирования, физики конденсированного состояния и научного приборостроения.

Основным вопросом для всех зондовых методов исследования поверхности является физическое описание процессов происходящих в области контакта острия зонда с поверхностью исследуемого тела и влияние характера и величины этого взаимодействия на параметры зонда, являющиеся информативными в плане сканирования рельефа поверхности и исследования физических свойств тестируемого материала и структур. Сканирующие зондовые микроскопы семейства «НаноСкан», относясь к классу атомно-силовых микроскопов, существенно уступают классическим АСМ в плане латерального пространственного разрешения и уровня сил, с которыми острие давит на поверхность исследуемого материала. Однако, при определенных условиях данный недостаток становится достоинством и приводит к тому что прибор с резонансным датчиком, начинает не только измерять рельеф поверхности, но и численно картографировать модуль Юнга и приведенную индентационную твердость исследуемого материала. Естественно, что измерение твердости предполагает пусть и микроскопическое, но разрушение исследуемого материала и это было бы принципиально невозможно не имея прибор достаточно жесткого пьезорезонансного зонда с алмазным индентором.

Полученные результаты и многолетний опыт эксплуатации приборов «НаноСкан» говорят о том, что использованные при разработке этих приборов технические решения, в частности автогенераторная схема возбуждения колебаний зонда, представляют определенный интерес для классических АСМ с кремниевыми кантилеверами и дефлекторной схемой съема информации об изгибе кантилевера и амплитуде колебаниях острия зонда.

Логика построения данной работы не будет следовать последовательности этапов разработки и совершенствования приборов семейства «НаноСкан». Изложение будет исходить из современного взгляда на проблему и направлено на формирования научно обоснованного описания физических особенностей работы сканирующих нанотвердомеров. При этом технические подробности конкретных реализаций приборов будут опускаться, а основное внимание будет уделяться физическим идеям, лежащим в основе работы прибора, и методам расчета технических и метрологических характеристик. Будут приводиться не только теоретические результаты, полученные соискателем и под его непосредственным руководством, но и экспериментальные данные, полученные разнообразными пользователями приборов «НаноСкан», подтверждающие работоспособность предложенных подходов, а так же рекомендации по использованию рассмотренных идей в других научных приборах, основанных на принципах СЗМ и наноиндентирования.

Физика конденсированного состояния достаточно широкая область естествознания и именно для исследования конденсированных состояний вещества предназначены приборы семейства «НаноСкан». Однако только областью применения не исчерпывается роль физики конденсированного состояния в данной работе. Решение задачи о поведении зонда и при его контакте с поверхностью, покрытой слоем жидкости, основано на гидродинамике сжимаемой жидкости и теории упругости. Решение задачи по измерению электрических свойств материалов потребовало синтеза знаний как минимум из трех областей – классической механики, теории упругости и электродинамики. Комплексный характер осуществляемых приборами «НаноСкан» измерений и широкий круг поддерживаемых методик потребовал широкого и всестороннего рассмотрения всех физических процессов происходящих во время измерения и сканирования.

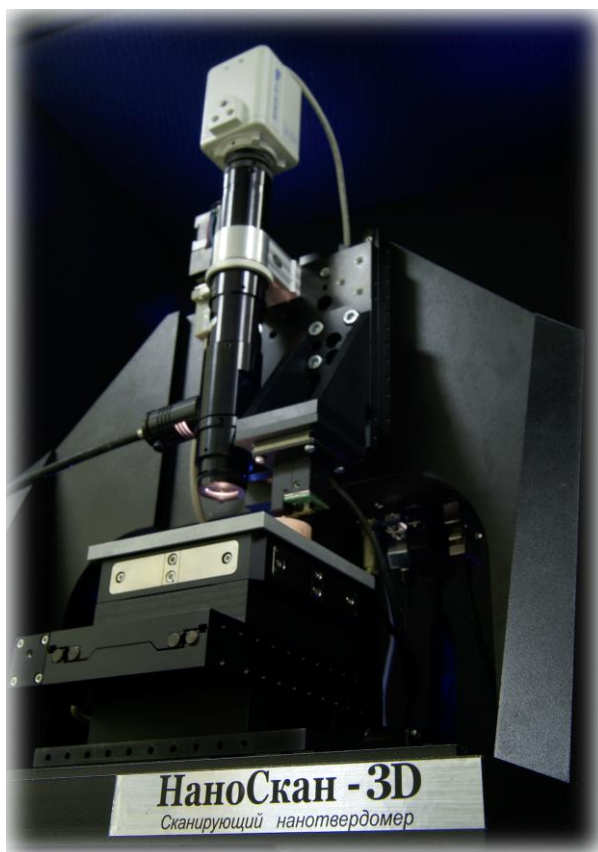
Полученные результаты расширяют возможности современного научного приборостроения и обогащают методы экспериментальных исследований новыми возможностями. Особенно ярко особенности рассмотренных гибридных резонансных зондов проявляются при исследовании гетерогенных и композиционных материалов, а так же многослойных функциональных покрытий, широко используемых в современном машиностроении. Актуально будет применение такого рода приборов и при контроле характеристик сложных изделий изготавливаемых методами аддитивного производства.

Не оставлены без внимания в диссертационной работе и те схемотехнические решения, которые позволили реализовать достаточно высокие метрологические характеристики приборов «НаноСкан». Достаточно много внимания будет уделено вопросам внутренних шумов и внешних помех, мешающих достижению предельно высоких характеристик приборами класса

сканирующих нанотвердомеров. Работа носила междисциплинарный характер, требовала знаний из широкого круга научных областей, предполагала как аналитические, так и экспериментальные исследования

Подводя краткий итог проделанной работе можно констатировать, что сегодня созданы научно-технические основы для разработки и производства нового класса приборов – сканирующих нанотвердомеров, соединяющих в себе функции классических АСМ и наноинденторов. Решение данной задачи привело к созданию достаточно компактного, надежного и недорогого прибора, позволяющего решать широкий класс измерительных задач, для решения которых раньше требовалась целая линейка специализированных приборов. Платой за универсальность стали не рекордно высокие технические характеристики по каждому из поддерживаемых направлений измерения.

Основным достоинством прибора оказалось соединение в едином измерительном комплексе уникального набора разнообразных методик, обладающих достаточно высокими метрологическими и техническими характеристиками в плане определения различных свойств конденсированного состояния вещества. Именно благодаря универсальности прибора и использованию достаточно жестких пьезорезонансных зондов удалось сопрячь данную технологию с трехкоординатной лазерной интерферометрией и создать ряд метрологических АСМ с уникальными техническими характеристиками.



Глава 1 Основные модели, описывающие взаимодействия острия зонда с поверхностью

1.1 Базовые подходы сканирующей зондовой микроскопии

Сканирующая зондовая микроскопия — это совокупность методов определения локальных механических, электрических, магнитных и других свойств поверхности с помощью различных микрозондов. Результатами измерений этих методов являются, как правило, трехмерные изображения поверхности исследуемых объектов, полученные путем построчного сканирования с пространственным разрешением в доли нанометров.

Зондовые методы заявили о себе более четверти века назад, и за это время с их помощью было сделано немало открытий в самых разных областях естествознания. Ниже приведен список основных этапов развития данного вида приборостроения:

- ❖ Сканирующий туннельный микроскоп (СТМ)– G. Binnig, H. Rohrer (1981) – визуализация атомной структуры проводящих поверхностей.
- ❖ Сканирующий ближнепольный оптический микроскоп – D.W. Pohl (1982) – оптические изображения с продольным разрешением в 50 нм.
- ❖ Сканирующий емкостной микроскоп – J.R. Matey, J. Blanc (1984) – регистрация вариаций электрической емкости с разрешением в плоскости образца 500 нм.
- ❖ Сканирующий тепловой микроскоп – C.C. Williams, H.K. Wickramasinghe (1985) – регистрация перепадов температуры с продольным пространственным разрешением в 50 нм.
- ❖ Атомно-силовой микроскоп (АСМ) – G. Binnig, C.F. Quate, Ch. Gerber (1986) – атомное разрешение на проводящих и непроводящих поверхностях.
- ❖ Сканирующий бесконтактный микроскоп – Y. Martin, C.C. Williams, H.K. Wickramasinghe (1987) – визуализация поверхностей в режиме сил притяжения, пространственное разрешение в плоскости образца – 5 нм.
- ❖ Магнитно-силовой микроскоп – Y. Martin, H.K. Wickrama–singhe (1987) – изображения магнитных доменов с разрешением лучше 100 нм.
- ❖ Сканирующий фрикционный микроскоп – C.M. Mate, G.M. McClelland, S. Chiang (1987) – атомные изображения в режиме сил трения.
- ❖ Электростатический силовой микроскоп – Y. Martin, D.W. Abraham, H.K. Wickramasinghe (1987) – обнаружение элементарных зарядов.

- ❖ Сканирующий микроскоп неупругого туннелирования – D.P.E. Smith, D. Kirk, C.F. Quate (1987) – регистрация фононных спектров молекул с помощью СТМ.
- ❖ Сканирующий туннельный микроскоп, управляемый лазерным лучом – L. Arnold, W. Krieger, H. Walther – визуализация с помощью нелинейного преобразования света в области туннельного перехода.
- ❖ Микроскоп с эмиссией баллистических электронов – W.J. Kaizer (1988) – изучение барьеров Шоттки с нанометровым пространственным разрешением.
- ❖ Силовой микроскоп с инверсной фотоэмиссией – J.H. Coombs, J.K. Gimzewski, B. Reihl, J.K. Sass, R.R. Schlitter (1988) – люминесцентные спектры с пространственным разрешением в единицы нанометров.
- ❖ Ближнепольный акустический микроскоп – K. Takata, T. Hasegawa, S. Hosaka, S. Hosoki, T. Komoda (1989) – низкочастотные звуковые измерения с разрешением в 10 нм.

Физические результаты, ставшие основой метода динамического наноиндентирования и стандарта ISO 14577, также получены достаточно давно:

- ❖ Наноиндентер с алмазной пирамидкой Берковича – W.C. Oliver, G.M Pharr (1992) – измерение локального значения модуля Юнга и твердости на основе прецизионного (с точностью нм и мкН) индентирования исследуемой поверхности.

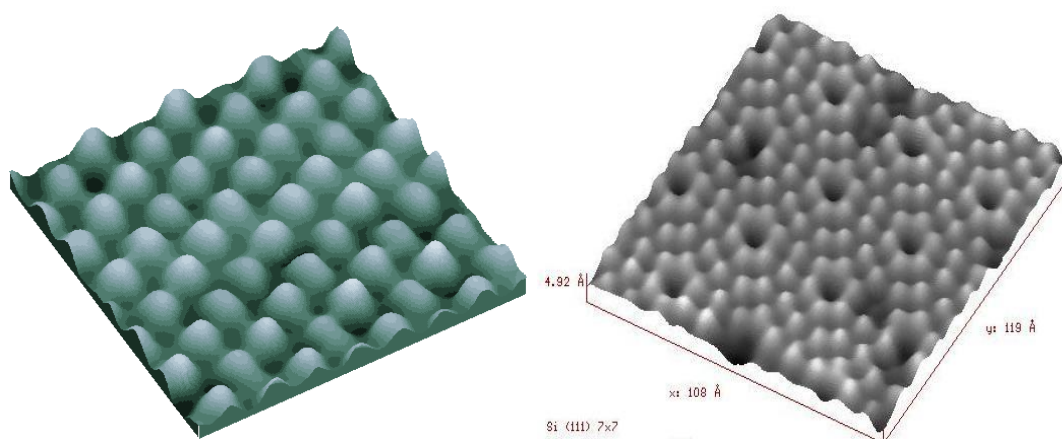
Первые публикации о совмещении в одном приборе функции наноиндентирования и сканирования появились в прошлом веке:

- ❖ Nano-sclerometry measurements of superhard materials and diamond hardness using scanning force microscope with the ultrahard fullerite C₆₀ tip. J. Mater. Res., 12 (1997)
- ❖ Применение сканирующих зондовых микроскопов для анализа с субмикронным и нанометровым разрешением структуры и распределения механических свойств материалов. Заводская лаборатория. Диагностика материалов, 1998

Изобретение сканирующего туннельного микроскопа — первого из семейства зондовых микроскопов — оказалось неожиданным даже для специалистов, давно изучающих атомное строение вещества. Первый зондовый микроскоп — сканирующий туннельный микроскоп — был изобретен в 1981 г. сотрудниками швейцарского отделения Исследовательского центра фирмы IBM Гердом Биннигом и Хайнрихом Рорером. Первоначальной целью работы швейцарских ученых была разработка прибора для спектроскопических исследований участков поверхности сверхпроводников. Тогда в их рабочей тетради были произведены теоретические оценки того, что вряд ли удастся получить разрешение лучше десятков нанометров. Созданный ими прибор превзошел все их ожидания. Они сумели в вакууме разглядеть отдельные атомы на поверхности кремния!

В результате эта работа увенчалась созданием уникального прибора с возможностью визуализации электронных оболочек отдельных атомов. В 1986 г. Г.Биннигу и Х.Рореру за изобретение туннельного микроскопа была вручена Нобелевская премия по физике.

Туннельный микроскоп применяют в научных и практических исследованиях не только для изучения свойств поверхности объектов, но и для целенаправленной модификации поверхности различных материалов. С помощью иглы микроскопа можно наносить заданный рисунок на поверхность. Яркой демонстрацией метода является осаждение и удаление отдельных атомов на поверхности, а также их перемещение на поверхности подложки. Так, в 1991 г. Эйглер с сотрудниками, перемещая в вакууме зондом атомы ксенона по поверхности охлажденного никеля, составил слово IBM. Для написания буквы I было использовано всего 8 атомов ксенона, а букв В и М — по тринадцать атомов!



Размер изображения: $17 \times 17 \times 2 \text{ \AA}^3$

Рисунок 1.1 – Изображение атомной структуры поверхности высокоориентированного пиролитического графита, полученное методом туннельной микроскопии и поверхности кремния. (Москва, Центр перспективных технологий)

Сканирующий туннельный микроскоп — это уникальный прибор для исследования поверхности с рекордными возможностями. На зеркальных поверхностях пленок золота или никеля, нанесенных на ровную подложку термическим испарением в вакууме с помощью туннельного микроскопа, можно легко увидеть зернистую структуру с размером кластера в 10–30 нм. АСМ пригоден для визуализации биологических структур. Сканирующий микроскоп позволяет наблюдать образцы в различных условиях: на воздухе, в вакууме, в растворах и электролитах.

Прошедшее с момента изобретения СЗМ время показало, что зондовые микроскопы нашли широкое применение при научных исследованиях в различных областях физики, химии, биологии, медицины и материаловедения. Они стали почти также широко распространены, как хорошие оптические микроскопы, и мало в какой научной лаборатории или ЦКП сегодня нет классического СЗМ

Основное отличие разных методов зондовой микроскопии заключается в типе применяемого зонда. Принцип работы сканирующего туннельного микроскопа (СТМ) состоит в том, что между металлическим острием зонда и проводящей поверхностью исследуемого образца образуется туннельный переход. В микроскопе измеряют величину электрического тока через данный туннельный переход, которая экспоненциально зависит от расстояния между острием и поверхностью. Сканирующий туннельный микроскоп применяют для исследования проводящих поверхностей. Изображения, которые получают с помощью этого микроскопа, дают информацию о пространственном распределении плотности электронов вблизи поверхности образца.

В отличие от сканирующего туннельного микроскопа, в атомно-силовом микроскопе контролируется сила взаимодействия между микроострием и поверхностью образца.

Традиционный атомно-силовой микроскоп представляет собой оригинальную конструкцию сверхчувствительного измерителя профиля поверхности. В качестве зонда атомно-силового микроскопа используют микроминиатюрную упругую пластинку (кантилевер), на свободном конце которой методами литографии формируют острие из твердого материала (нитрида кремния, кремния). При перемещении зонда вдоль поверхности регистрируют отклонения кантилевера, либо осуществляют перемещения зонда таким образом, чтобы прогиб кантилевера (следовательно, и сила взаимодействия между зондом и образцом) оставался постоянным. В последнем случае, получаемые изображения соответствуют профилям постоянной силы прижима острия к поверхности.

Важной деталью любого сканирующего зондового микроскопа является механический наноманипулятор, который обеспечивает перемещение зонда над поверхностью с точностью до десятых долей нанометра. Традиционно такой манипулятор изготавливают из пьезокерамического материала. Конструкции современных манипуляторов обеспечивают диапазон механического перемещения зонда до 100–200 мкм в плоскости образца и до 5–12 мкм – по нормали к образцу.

Атомно-силовая микроскопия продемонстрировала возможность наблюдения динамических изменений в структуре атомов на поверхности и стенок бактерий. Особенно популярными в последнее время стали конструкции, совмещающие возможности оптической

микроскопии с атомно-силовой. Такие приборы позволяют получать обычное оптическое изображение клеточной культуры и тут же прямо в оптическом поле выбирать участок для АСМ исследования и получать картинку с нанометровым пространственным разрешением.

На сегодняшний день известно более десятка способов работы АСМ. Все они основаны на контактном, полуконтактном или бесконтактном методе сканирования. Принцип работы АСМ в контактном методе заключается в отслеживании величины изгиба кантилевера и компенсации ее путем перемещения образца (зонда) по оси Z. Регистрация изгиба кантилевера происходит с помощью оптической системы (рис. 1.2).

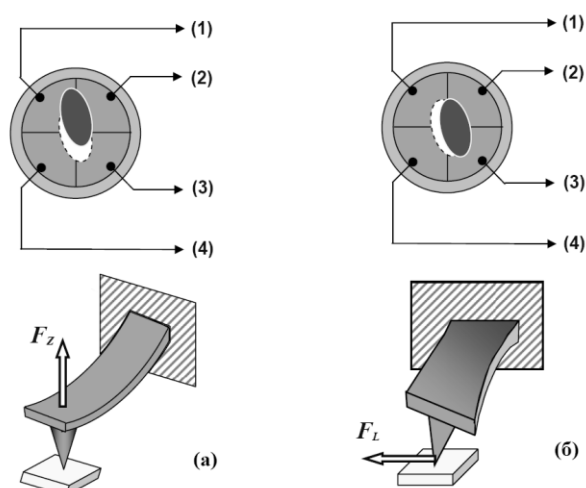


Рисунок 1.2 – Схема работы четырехсекционного фотоприемника при изгибе зонда [1].

Силы, действующие на зонд в соответствии с законом Гука, приводят к изгибу балки. Нормальный или крутильный изгиб консоли приводит к изменению угла отражения луча лазера, падающего на консоль. Следовательно, меняется и позиция пятна лазера на регистрирующем четырехсекционном фотодиоде. Смещение пятна в вертикальном направлении (рис. 1.2 (а)) отвечает нормальным силам, действующим на зонд. Смещение пятна в боковом направлении отвечает силам, действующим вдоль плоскости (рис. 1.2 (б)).

Компенсация вертикального смещения с помощью цепи обратной связи во время движения зондового датчика позволяет получить электрический сигнал, отвечающий рельефу образца (рис. 1.3).

Этот сигнал может быть откалиброван на тестовой структуре с известным периодом и высотой и использован для измерения рельефа образца, и его формы на наноуровне. Измерение топографии с помощью АСМ осуществляется путем построчного сканирования участка поверхности с записью сигнала емкостных датчиков или сигнала обратной связи, поддерживающего заданный уровень контакта острия с поверхностью при сканировании.

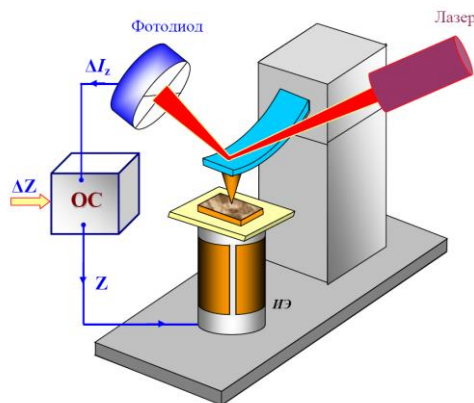


Рисунок 1.3 – Принципиальная схема устройства АСМ и оптической системы регистрации изгиба кантилевера [1].

Сканирующие зондовые микроскопы (СЗМ), как и наноинденторы, относятся к устройствам контактного типа, и взаимодействие острия зонда с поверхностью играет ключевую роль в работе таких приборов. Независимо от типа используемого зонда и характера его взаимодействия с исследуемым образцом, острие зонда входит в непосредственный контакт с атомами поверхности, и возникающие именно в этой области силы влияют на параметры зонда, формируя сигнал, используемый в качестве информационного или регулирующего при сканировании поверхности. К настоящему моменту в атомно-силовой микроскопии (АСМ) и наноиндентировании сложились определенные представления о типах сил, возникающих при взаимодействии острия зонда с поверхностью, и их описание можно найти в литературе по атомно-силовой миктроскопии и наноиндентированию [2,3]. Достаточно подробный обзор контактных и бесконтактных явлений приведен в работе [4]. Рассмотрение сил, возникающих при контакте двух твердых тел, следует начать с анализа чисто упругого взаимодействия острия и поверхности.

1.2 Упругие силы

Еще в конце XIX века были решены задачи о распределении напряжений в упругом однородном изотропном полупространстве, возникающих при приложении точечной силы [5], и задача о взаимодействии двух упругих тел, форма которых описывается параболоидами вращения [6]:

$$F = \frac{4}{3} E^* \sqrt{R} h^{3/2}, \quad (1.1)$$

где F – сила взаимодействия, h – суммарная деформация тел (в дальнейшем будем называть их индентором и индентируемым телом (образцом)). Символами R и E^* обозначены приведенный радиус и приведенный модуль упругости:

$$R = \frac{r_{tip} r_{sample}}{r_{tip} + r_{sample}}, \quad (1.2)$$

$$E^* = \frac{1}{\frac{1-v_{tip}^2}{E_{tip}} + \frac{1-v_{sample}^2}{E_{sample}}}. \quad (1.3)$$

Символами E_{tip} и E_{sample} обозначены модули Юнга индентора и образца, символами v_{tip} и v_{sample} – коэффициенты Пуассона индентора и образца, r_{tip} и r_{sample} – радиусы кривизны поверхности индентора и образца на оси симметрии.

В XX веке были получены выражения для зависимости силы F и нормального напряжения σ_{zz} от глубины погружения h для индентора, получаемого путем вращения произвольной функции $w(r)$ вокруг вертикальной оси (Sneddon [7]). Если ввести обозначение $f(r/a) = w(r)$, где r – радиальная координата, а a – радиус области контакта. То согласно модели Sneddon в общем виде зависимость силы от глубины погружения представляется следующим образом:

$$F = 2Ea \int_0^1 \frac{x^2 f'(x)}{\sqrt{1-x^2}} dx, \quad (1.4)$$

$$h = \int_0^1 \frac{f'(x) dx}{\sqrt{1-x^2}}. \quad (1.5)$$

С использованием формул (1.4), (1.5) в этой работе получены зависимости силы от глубины погружения, а также распределения давления и форма деформированной поверхности для различных геометрий:

Плоский цилиндрический индентор:

$$F = \frac{2Eah}{1-\sigma^2}. \quad (1.6)$$

Индентор в форме конуса $f(x) = a \tan(\alpha)x$:

$$F = \frac{2E \cot(\alpha)}{\pi(1-\sigma^2)} h^2. \quad (1.7)$$

Индентор в форме параболоида вращения $\rho^2 = 4kz$, $f(x) = \varepsilon x^2$, $\varepsilon = a^2/4k$

$$F = \frac{4E}{3(1-\sigma^2)} (2kh^3)^{\frac{1}{2}}. \quad (1.8)$$

Сферический индентор $f(x) = R - \sqrt{R^2 - a^2 x^2}$:

$$\begin{cases} F = \frac{E}{2(1-\sigma^2)} \left((a^2 + R^2) \text{Log} \left[\frac{R+a}{R-a} \right] - 2aR \right) \\ h = \frac{1}{2} a \text{Log} \left[\frac{R+a}{R-a} \right] \end{cases} \quad (1.9)$$

Индентор в форме эллипсоида вращения $f(x) = \alpha \left(1 + \sqrt{1 + \frac{a^2 x^2}{\beta^2}} \right)$:

$$\begin{cases} F = \frac{\alpha E}{2(1-\sigma^2)\beta} \left((a^2 + \beta^2) \text{Log} \left[\frac{\beta+a}{\beta-a} \right] - 2a\beta \right) \\ h = \frac{\alpha a}{2\beta} \text{Log} \left[\frac{\beta+a}{\beta-a} \right] \end{cases} \quad (1.10)$$

Также существует аналитическое выражение для тела в форме гиперболоида вращения $f(x) = R \text{Cot}^2 \alpha \left[\sqrt{\left(\frac{ax}{R \text{Cot} \alpha} \right)^2 + 1} - 1 \right]$ [8]:

$$\begin{cases} \delta = \frac{a^2}{2R} \xi \left[\frac{\pi}{2} + \text{ArcTan} \left[\frac{1}{2\xi} - \frac{\xi}{2} \right] \right] \\ F = \frac{Ea^3}{(1-\sigma^2)R} \left[\xi^2 + \frac{\xi}{2} \left(\frac{\pi}{2} + \text{ArcTan} \left[\frac{1}{2\xi} - \frac{\xi}{2} \right] \right) (1 - \xi^2) \right] \\ \xi = R \frac{\text{Cot}[\alpha]}{a} \end{cases} \quad (1.11)$$

В работе [7] рассматривается случай внедрения абсолютно жесткого индентора в поверхность, в таком случае E и модуль Юнга образца E_{sample} связаны соотношением $E = \frac{E_{sample}}{1-\nu_{sample}^2}$.

В данной диссертации рассматриваются, прежде всего, алмазные инденторы, и поправка на деформацию индентора при контакте с большинством конструкционных материалов будет невелика, можно учесть данный эффект (см. [9]), заменив E эффективным модулем E^* , определенным уравнением (1.3). Тогда равенства (1.4), (1.5) могут быть записаны в виде:

$$F = 2E^* a \int_0^1 \frac{x^2 f'(x)}{\sqrt{1-x^2}} dx, \quad (1.12)$$

$$h = \int_0^1 \frac{f'(x) dx}{\sqrt{1-x^2}}. \quad (1.13)$$

Выражение (1.5), фактически связывающее размер области контакта с его глубиной, было получено из условия конечности значения компоненты σ_{zz} , на границе области контакта. Данное условие приводит к равенству

$$\chi(1) = 0, \quad (1.14)$$

где

$$\chi(t) = \frac{2}{\pi} \left(h - \int_0^t \frac{f'(x)}{\sqrt{t^2 - x^2}} dx \right). \quad (1.15)$$

В случае невыполнения равенства (1.14) модель Sneddon может быть расширена для рассмотрения адгезионных сил.

1.3 Критерии начала пластической деформации

Для оценки начала пластической деформации можно использовать критерий Фон Мизеса [10], согласно которому пластическое течение начинается, когда

$$\frac{1}{6} ((\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2) = Y^2/3, \quad (1.16)$$

где Y – предел текучести материала, $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ – главные напряжения материала. Другим критерием начала пластического течения является критерий Треска [10], который можно записать в виде:

$$\max\{|\sigma_1 - \sigma|, |\sigma_2 - \sigma|, |\sigma_3 - \sigma|\} = \frac{2}{3} Y, \quad (1.17)$$

где $\sigma = (\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)/3$.

Для осесимметричных тел вращения критерий Фон Мизеса, следуя [10], уравнение (1.16) может быть записано в виде:

$$(\sigma_z - \sigma_r)^2 = Y^2. \quad (1.18)$$

Таким образом, по критерию Фон Мизеса пластическая деформация начинается когда сдвиговое напряжение $|\sigma_z - \sigma_r|$ сравнивается с пределом текучести материала. Распределение $\frac{1}{2} |\sigma_z - \sigma_r|$ в образце, контактирующем со сферическим телом, для случая $\nu = 0.26$ показано на рисунке 1.4 [11].

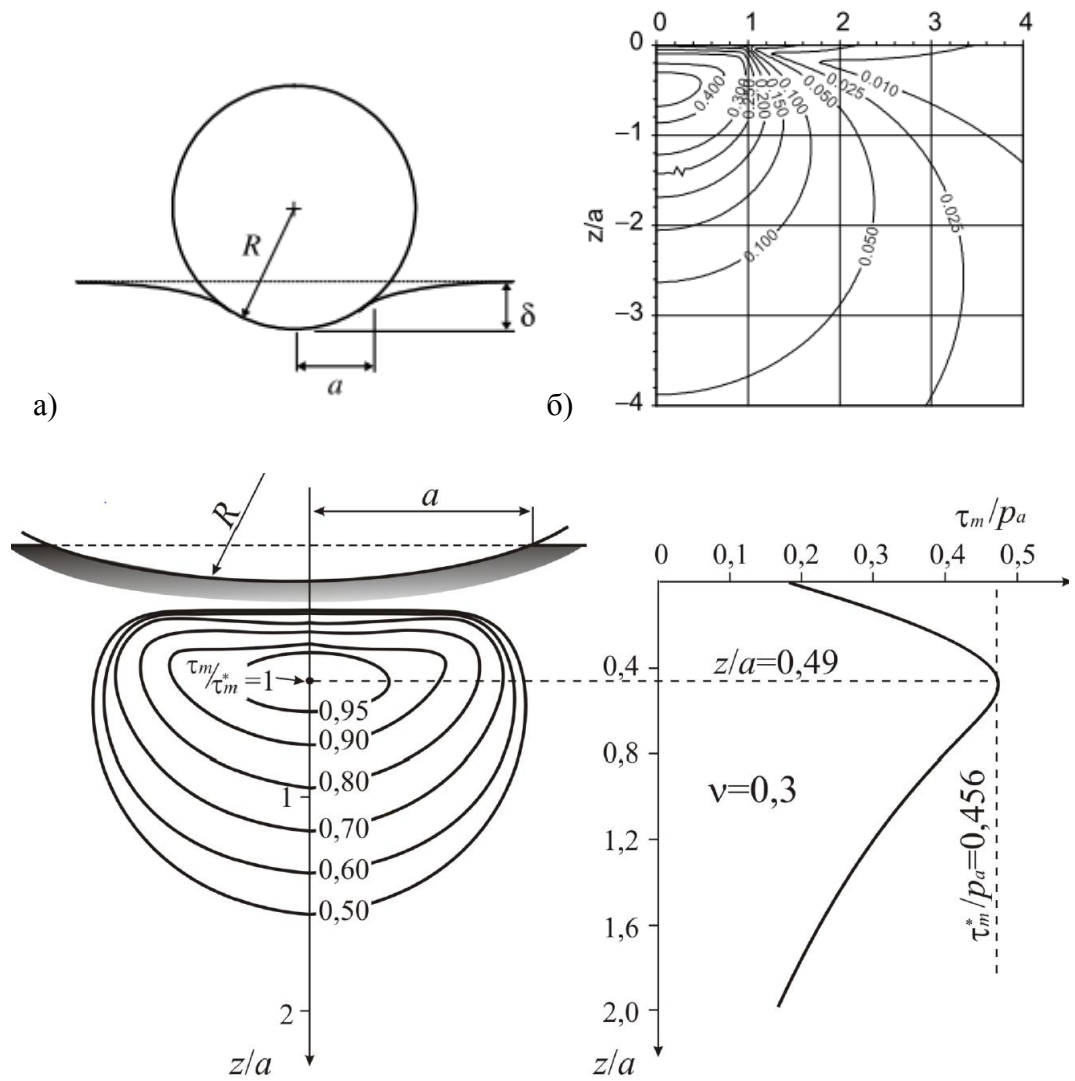


Рисунок 1.4 – а) геометрия контакта б) изолинии максимальных сдвиговых напряжений [11].

Компоненты σ_r и σ_z согласно [10] задаются выражениями:

$$\frac{\sigma_r}{p_0} = -(1 + \nu) \left(1 - \frac{z}{a} \tan^{-1} \frac{a}{z} \right) + \frac{1}{2} \left(1 + \frac{z^2}{a^2} \right)^{-1}, \quad (1.19)$$

$$\frac{\sigma_z}{p_0} = - \left(1 + \frac{z^2}{a^2} \right)^{-1}, \quad (1.20)$$

$$p_0 = \frac{3F}{2\pi a^2} = \left(\frac{6FE^*2}{\pi^3 R^2} \right)^{1/3} \quad (1.21)$$

-максимальное давление (нормальное напряжение) в центральной точке поверхности контактирующих тел.

Уравнения (1.18), совместно с (1.19) - (1.21) позволяют оценить допустимую предельную силу прижима F , при которой упругая деформация переходит в пластическую.

Важной деталью данного анализа является тот факт, что сдвиговая пластическая деформация начинается не на поверхности, а в глубине материала. Этот факт имеет фундаментальное значение и во многом именно благодаря этому обстоятельству мир механических изделий столь долговечен, а упрочняющие покрытия столь эффективны. Получается, что граница раздела двух контактирующих тел менее напряжена, чем ближайшие внутренние области и пластическая деформация не сразу выходит на поверхность. Естественно, что при нагрузках больших критической, пластика охватывает всю область контакта двух тел и даже выходит за ее пределы, как это обычно наблюдается при измерении твердости методами индентирования и склерометрии.

1.4 Адгезионные модели.

Рассмотрение взаимодействия, связанного с адгезией двух контактирующих тел обычно начинают с упоминания парного потенциала взаимодействия двух частиц, предложенного Mie [12] в 1903 году:

$$w(z) = -\frac{A}{z^n} + \frac{B}{z^m}, \quad (1.22)$$

Этот потенциал содержит части, отвечающие и за отталкивание частиц, и за притяжение, объясняющее адгезию тел.

Далее, следуя [13] для потенциала взаимодействия атомов вида $w(z) = -\frac{c}{z^n}$, где $n > 3$ можно найти силы, действующие между плоскостью и плоскостью, а также между сферой и плоскостью. Если расстояние между плоскостью и сферой $D \ll R$, где R – радиус сферы, то имеет место равенство:

$$F(z)_{sphere} = -2\pi R W(z)_{planes}, \quad (1.23)$$

где $W(z) \sim 1/z^{n-4}$ – энергия адгезионного взаимодействия двух плоскостей единичной площади, находящихся на расстоянии z .

Данные рассуждения являются верными для каждого из слагаемых в уравнении (1.22) и соотношение (1.23) является верным для потенциала (1.22). В таком случае в положении равновесия $z = z_0$ энергию $W(z_0)$ можно представить в виде [10]:

$$W \Big|_{z=z_0} = \gamma_1 + \gamma_2 - 2\gamma_{12}, \quad (1.24)$$

где γ_1 и γ_2 - поверхностные энергии двух тел, а γ_{12} – энергия, обусловленная границей раздела при контакте. Если тела одинаковы, то данная величина становится равной

$$W \Big|_{z=z_0} = 2\gamma. \quad (1.25)$$

График зависимости силы взаимодействия двух поверхностей, нормированной на площадку единичной величины, от расстояния представлен на рис. 1.5.

Для взаимодействия двух сфер, находящихся на расстоянии много меньше каждого из радиусов, соотношение (1.23) также является верным при замене радиуса R на приведенный $\frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2}$.

Зависимость (1.23) была получена Bradley [14] в 1932 году для потенциала Леннарда-Джонса. При этом предполагалось, что сила взаимодействия между жесткими сферами может быть представлена в виде:

$$F(z) = \frac{8\pi WR}{3} \left[\frac{1}{4} \left(\frac{z}{z_0} \right)^{-8} - \left(\frac{z}{z_0} \right)^{-3} \right]. \quad (1.26)$$

Такой же результат был получен в работах [13,15,16]. Конкретный вид зависимостей $W(D)$ для взаимодействующих тел различной геометрии можно найти в [13].

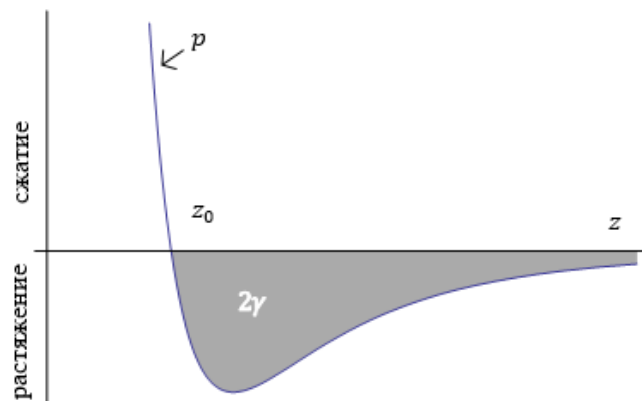


Рисунок 1.5 – График силы взаимодействия двух поверхностей, отнесенной к единице площади, масштаб осей в условных единицах (нарисовано с использованием [10]).

Описанные модели позволяют внести адгезионную поправку в решение контактной задачи чисто упругого взаимодействия тел, поверхность которых может быть представлена в

виде параболоида вращения, то есть решение предложенное Герцем [6]. Согласно данной модели сила взаимодействия имеет вид (см. также аналогичное выражение (1.8))

$$F = \frac{4}{3} E^* \sqrt{R} h^{3/2}, \quad (1.27)$$

где

$$E^* = \left(\frac{1-\sigma_1^2}{E_1} + \frac{1-\sigma_2^2}{E_2} \right)^{-1}, \quad (1.28)$$

h - глубина контакта, связанная с радиусом области контакта соотношением:

$$a = \sqrt{hR}. \quad (1.29)$$

Распределение давления имеет вид:

$$P(\rho) = \frac{2E^* a \sqrt{1 - \left(\frac{\rho}{a}\right)^2}}{\pi R} = \frac{3F \sqrt{1 - \left(\frac{\rho}{a}\right)^2}}{2\pi a^2}, \quad (1.30)$$

где ρ – расстояние от центра области контакта.

В теории Derjaguin-Müller-Toporov [17] (DMT, 1975) считается, что контактная область деформирована согласно модели Герца. В работе [18] было проведено самосогласованное решение, учитывающее деформацию контактного профиля, однако оно было сделано численно. В DMT к чисто упругой составляющей силы F добавляется сила поверхностного взаимодействия F_s . Выражение, связывающее силу взаимодействия с контактным радиусом, можно записать в виде:

$$F + F_s = \frac{4E^*}{3R} a^3, \quad (1.31)$$

для случая $a = 0$ имеет место соотношение:

$$F_s = 2\pi RW, \quad (1.32)$$

то есть описывается моделью Bradley. В этой работе показано, что с увеличением углубления сферы в поверхность интеграл энергии взаимодействия по области контакта, где поверхности предполагаются отделенными друг от друга и окружающей области на несколько ангстрем, приводит к изменению F_s от начального значения $2\pi RW$ до асимптотического значения πRW . В [19] был использован потенциал Леннарда-Джонса и, с помощью «энергетического» метода получения сил, описанного в [17], численно было показано, что сила поверхностного взаимодействия действительно уменьшается при увеличении области контакта. В тоже время

прямое вычисление силы показывает, что F_s увеличивается с ростом контактной области и даже может превосходить значение Bradley $2\pi RW$ при значении параметра Тabora [20] (который будет описан ниже, см. (1.63)) $\mu_{Tabor} > 0.24$. В литературе [4] (Capla, Dietler) данную модель описывают, считая силу F_s заданной (1.32), то есть учитывая поверхностные силы для случая нулевого контакта. В таком случае зависимость контактного радиуса от силы нагружения имеет вид:

$$a = \sqrt[3]{(F + 2\pi RW) \frac{3R}{4E^*}}. \quad (1.33)$$

Нулевой контактный радиус достигается при силе:

$$F_{ad} = 2\pi RW. \quad (1.34)$$

Контактный радиус при нулевой силе:

$$a_0 = \sqrt[3]{\frac{3\pi W}{2E^*} R^2}. \quad (1.35)$$

Зависимость углубления от контактного радиуса имеет вид:

$$h = \frac{a^2}{R}, \quad (1.36)$$

$$F + 2\pi RW = \frac{4}{3} E^* (h)^{3/2} \sqrt{R}. \quad (1.37)$$

Распределение давления, как и в модели Герца, описывается выражением (1.30). Теория DMT применима к системам со слабой адгезией и малым радиусом кривизны.

Теория JKR [21] пренебрегает дальнедействующими силами, действующими вне области контакта, и рассматривает только короткодействующие контактные силы. Для граничных условий контакта двух тел, представляющих собой параболоиды вращения, данная модель рассматривает решение вида (1.30) и вида:

$$P(\rho) = p_0 \sqrt{1 - \left(\frac{\rho}{a}\right)^2} + \frac{p'_0}{\sqrt{1 - \left(\frac{\rho}{a}\right)^2}}, \quad (1.38)$$

что предполагает невыполнение равенства (1.14). Такое распределение давления приводит к бесконечному наклону поверхности вне контактной области (как в случае нагружения плоским жестким цилиндром). Два гладких упругих тела не могут так взаимодействовать, но в случае

наличия адгезии подобные напряжения становятся возможны. Вводя в свободную энергию U_e поправку

$$U_s = -2\gamma\pi a^2, \quad (1.39)$$

из условия

$$\frac{\partial(U_e + U_s)}{\partial a} = 0, \quad (1.40)$$

можно получить коэффициент пропорциональности в уравнении (1.38):

$$p'_0 = -\sqrt{\frac{4\gamma E^*}{\pi a}}. \quad (1.41)$$

Зависимость контактного радиуса от силы нагружения в этом случае имеет вид:

$$a = \sqrt[3]{\frac{3R}{4E^*} [F + 3\pi RW + \sqrt{6\pi RWF + (3\pi RW)^2}]}. \quad (1.42)$$

Нулевой контактный радиус достигается при силе:

$$F_{ad} = -\frac{3}{2}\pi RW. \quad (1.43)$$

Контактный радиус при нулевой силе:

$$a_0 = \sqrt[3]{\frac{9\pi R^2 W}{2E^*}}. \quad (1.44)$$

Зависимость углубления от контактного радиуса:

$$h = \frac{a^2}{R} - \frac{2}{3}\sqrt{\frac{9\pi W a}{2K}}. \quad (1.45)$$

Распределение напряжения:

$$P(\rho) = \frac{2E^* a}{\pi R} \sqrt{1 - \left(\frac{\rho}{a}\right)^2} - \sqrt{\frac{2E^* W}{\pi a}} \frac{1}{\sqrt{1 - \left(\frac{\rho}{a}\right)^2}}. \quad (1.46)$$

Теорию JKR применяют для сильно взаимодействующих адгезионных систем с маленькой жесткостью и большим радиусом кривизны. Она предсказывает бесконечное напряжение при $\rho = a$, то есть на границе контактной площади. Контакт по-прежнему имеет радиус кривизны ρ , но углубление h при той же силе, что и в модели Герца, уменьшается. Область контакта

изменяется из-за бесконечных по абсолютной величине напряжений, действующих вдоль границы, имеющей нулевую площадь (рис. 1.6).

Maugis [22] предложил модель, позволяющую осуществить переход от модели JKR к DMT. В данной работе используется подход Sneddon [7] для анализа модели JKR, рассматривается параметр $\chi(1)$ (см. (1.15)). Если данный параметр перестает быть равным нулю, то в поле около границы отрыва поверхности от индентора возникает сингулярность, которая как и в уравнении (1.38) обратно пропорциональна корню квадратному из расстояния до границы отрыва. Далее, по аналогии с описанием полей напряжений у трещины, вводится коэффициент интенсивности напряжений $K_I \sim p_0'$. Затем используются результаты работы [23], в которой были найдены напряжения и смещения для случая образования круговой трещины под действием вертикального напряжения. Это напряжение действует по площади, заключенной между окружностью границы контакта и окружностью с радиусом c . Разница $c-a$ равна радиусу когезионной зоны d , где величина напряжения постоянна и равна пределу текучести σ_0 [24] (модель Dugdale), (рис. 1.6). Итоговые напряжения и смещения представляются суммой напряжений и смещений, действующих в области контакта (таких же, как и в JKR) и вне области контакта (таких же, как и в [23]). Необходимые константы подбираются из условия конечности напряжений при $r = a$. Так для распределения напряжений имеет место равенство:

$$\sigma_y(r, 0) = -\frac{3E^*}{2\pi R} \sqrt{a^2 - r^2} + \frac{2\sigma_0}{\pi} \tan^{-1} \sqrt{\frac{c^2 - a^2}{a^2 - r^2}}. \quad (1.47)$$

В случае $d \rightarrow 0, \sigma_0 \rightarrow \infty$ данная модель переходит в модель JKR, что является ожидаемым фактом в виду способа вывода уравнений. Менее очевиден переход в модель DMT. В случае $d \rightarrow \infty$ распределение напряжений в «шейке» такое же, как и в модели Герца, в этом случае $\sigma_0 \rightarrow 0$, что соответствует модели DMT. Для получения предельного перехода нужно учесть, что энергия, высвобождаемая в модели Dugdale при образовании трещины:

$$G = \sigma_0 \delta_t, \quad (1.48)$$

где δ_t – смещение, при котором происходит раскрытие трещины.

Данное выражение приводит для случая $d \rightarrow \infty$ к выражению

$$G = \frac{F_1 - F}{2\pi R}, \quad (1.49)$$

где $F_1 > F$ нагрузка, которая при $\chi(1) = 0$ давала бы такой же контактный радиус, который дает нагрузка F при $\chi(1) \neq 0$. В данном случае

$$F_1 = \frac{4}{3} E^* h^{3/2} \sqrt{R}. \quad (1.50)$$

Учитывая также, что в равновесии имеет место соотношение Griffith [25]:

$$G = W, \quad (1.51)$$

можно видеть, что выражение (1.49) аналогично (1.37), то есть модель Maugis в данном случае действительно переходит в модель DMT. В этом случае адгезионные потери обусловлены бесконечно малым напряжением, действующим на бесконечно большой площади, и рассматриваются с точки зрения образования трещин, в то время как в модели DMT адгезия связана с энергией на единицу поверхности $W(z) \sim 1/z^2$ и в соответствии с (1.23) силой $F(z) \sim 1/z^2$. Предположения модели DMT представляются более реалистичными, так как учитывают реальный потенциал межатомного взаимодействия. Однако, данная модель не предоставляет аналитического решения, учитывающего деформацию профиля под действием адгезионных сил, и часто используется уравнение (1.37), в котором происхождение поправки $2\pi RW$ уже не существенно и в этом плане модель DMT действительно является лишь частью модели Maugis.

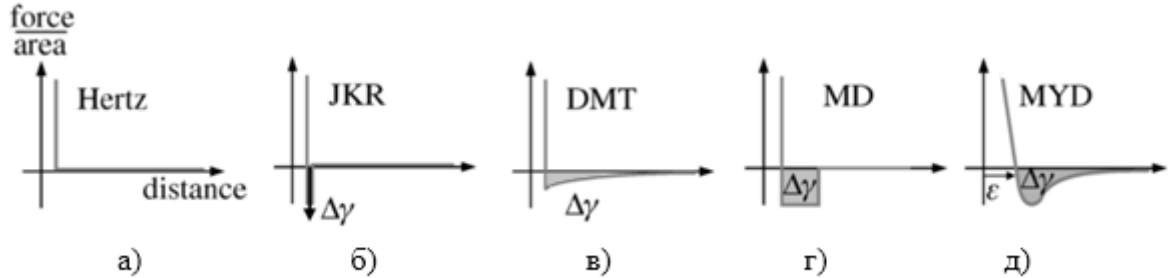


Рисунок 1.6 – Силы взаимодействия для моделей Герца (а), JKR (б), DMT (в), MD (г) и MYD (д).

Таким образом, контактная задача разбивается на несколько случаев. Модель Герца не учитывает адгезионные силы. Модель JKR включает только короткодействующие силы, в виде дельта-функции с коэффициентом пропорциональности, обеспечивающем работу сил адгезии $\Delta\gamma$. Модель DMT учитывает дальнедействующие силы вне области контакта и является частным случаем модели MYD в случае контакта нулевого радиуса, учитывающей потенциал Леннарда-Джонса (рисунок и объяснения из [26]). С введением обозначений:

$$\bar{A} = \frac{a}{\left(\frac{3\pi WR^2}{4E^*}\right)^{1/3}} \quad (1.52)$$

$$\bar{F} = \frac{F}{\pi WR} \quad (1.53)$$

$$\Delta = \frac{\delta}{\left(\frac{9\pi^2 W^2 R}{16E^*}\right)^{1/3}} \quad (1.54)$$

$$\lambda = \frac{2\sigma_0}{\left(\frac{16\pi WE^*}{9R}\right)^{1/3}} \quad (1.55)$$

$$\bar{m} = c/a \quad (1.56)$$

итоговые зависимости в параметрическом выражении получаются в следующем виде:

$$\frac{\lambda \bar{A}^2}{2} [\sqrt{\bar{m}^2 - 1} + (\bar{m}^2 - 2) \tan^{-1} \sqrt{\bar{m}^2 - 1}] + \frac{4\lambda^2 \bar{A}}{3} [\sqrt{\bar{m}^2 - 1} \tan^{-1} \sqrt{\bar{m}^2 - 1} - \bar{m} + 1] = 1, \quad (1.57)$$

$$\bar{F} = A^3 - \lambda A^2 [\sqrt{\bar{m}^2 - 1} + \bar{m}^2 \tan^{-1} \sqrt{\bar{m}^2 - 1}], \quad (1.58)$$

$$\Delta = \bar{A}^2 - \frac{4}{3} \lambda \bar{A} \sqrt{\bar{m}^2 - 1}. \quad (1.59)$$

При $\lambda \rightarrow \infty$ они переходят в зависимости JKR, при $\lambda \rightarrow 0$ в DMT. Переходы между моделями для выражений $\bar{A}(\bar{F})$, $\bar{F}(\Delta)$, $\bar{A}(\Delta)$ проиллюстрированы на рисунках 1.7, 1.8, 1.9.

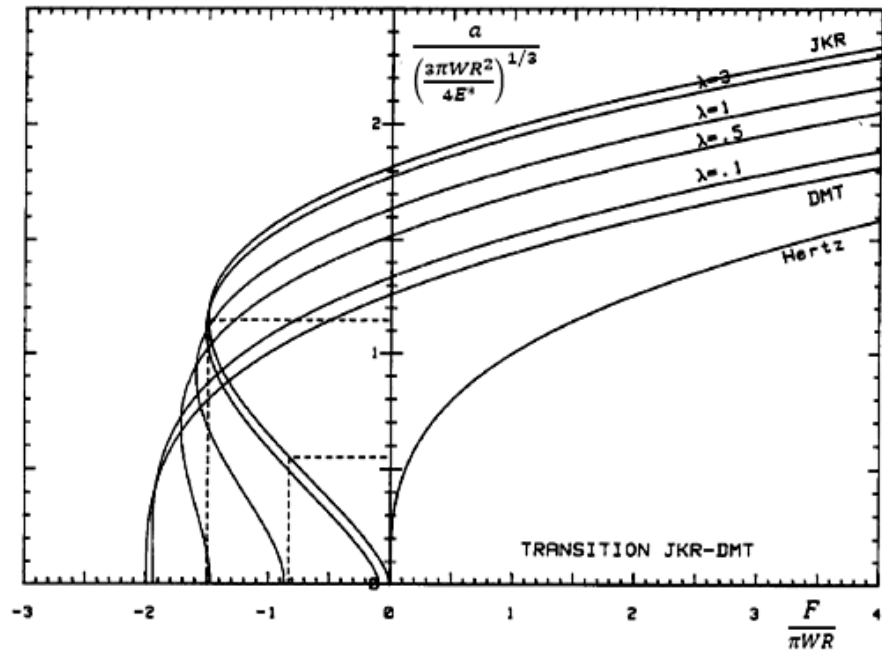


Рисунок 1.7 – График зависимости $\bar{A}(\bar{F})$ для различных значений λ (нарисовано с использованием [22]).

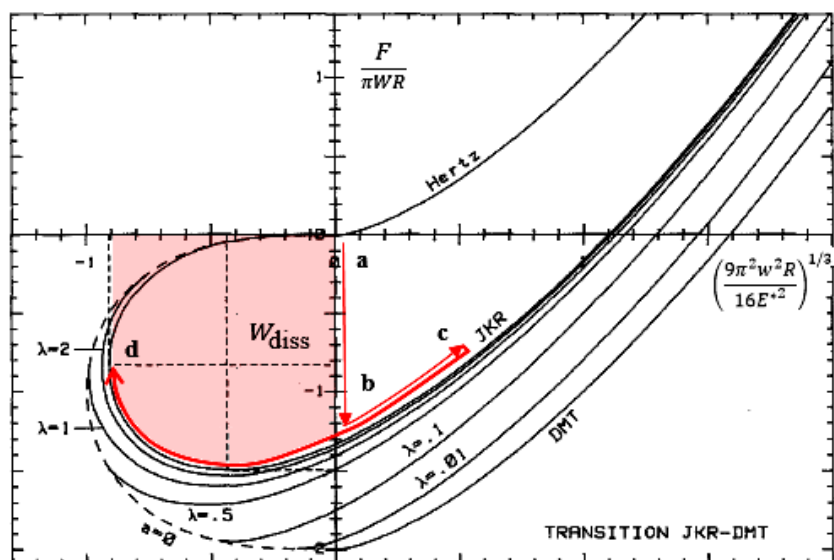


Рисунок 1.8 – График зависимости $\bar{F}(\Delta)$ для различных значений λ . Гистерезис, представленный разницей кривой подвода (кривая a-b-c) и кривой отвода сферы от поверхности (c-d) обуславливает работу адгезии W_{adh} . В точке d происходит отрыв зонда от поверхности, части черных кривых (d-a) нестабильны (нарисовано с использованием [22]).

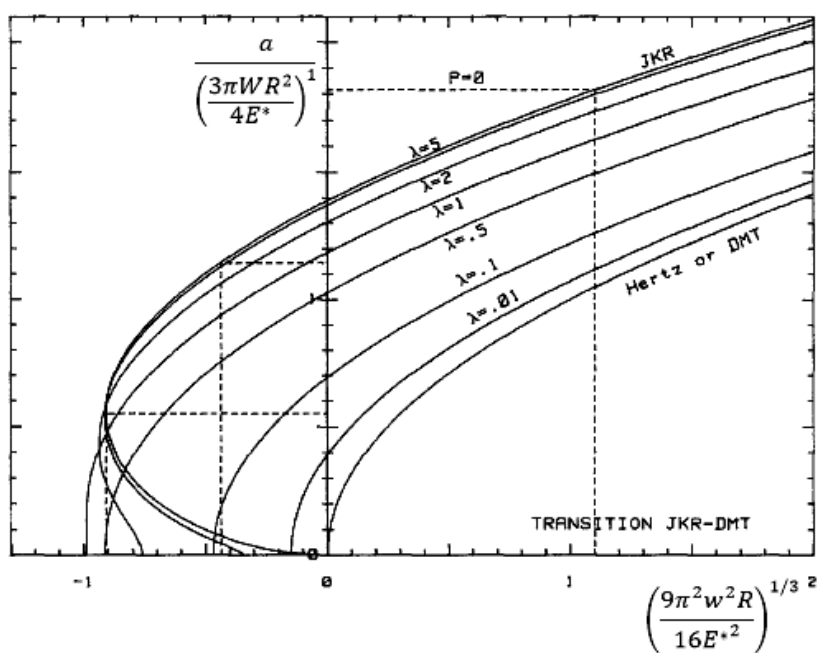


Рисунок 1.9 – График зависимости $\bar{A}(\Delta)$ для различных значений λ (нарисовано с использованием [22]).

Существует несколько параметров, позволяющих переходить между моделями DMT и JKR. Согласно [27] напряжение на вершине трещины достигает теоретического значения

предельного напряжения для материала, которое для потенциала Леннарда-Джонса с равновесным положением между атомами Z_0 может быть выражено следующим образом:

$$\sigma_{th} = 1.03 \frac{W}{Z_0}. \quad (1.60)$$

Используя данное соотношение, выражение (1.55) можно переписать в виде:

$$\lambda = \frac{2.06}{Z_0} \sqrt[3]{\frac{9W^2R}{16\pi E^{*2}}}. \quad (1.61)$$

Выражение (1.60) вместе с формулами (1.48) и (1.51) приводит к соотношению

$$\delta_t = 0.97 z_0. \quad (1.62)$$

Tabor [20] ввел параметр, отличающийся от λ лишь численным коэффициентом.

$$\mu_{Tabor} = \sqrt[3]{\frac{W^2R}{Z_0^3 E^{*2}}}. \quad (1.63)$$

Данный параметр равен отношению высоты образующейся при отрыве «шейки» в модели JKR к характерному межатомному атомарному расстоянию. Действительно, согласно модели JKR контакт сохраняется и при отрицательных нагрузках. При нагрузке

$$F = -3\pi RW \quad (1.64)$$

и контактном радиусе

$$a_{critical} = \sqrt[3]{\frac{9\pi R^2 W}{4E^*}} \quad (1.65)$$

контакт становится нестабильным. Соответствующая высота образовавшейся «шейки»

$$h_{critical} = \left(\frac{9}{4}\right)^{2/3} W^{2/3} \frac{R^{1/3}}{E^{*2/3}}. \quad (1.66)$$

Существуют и другие параметры, моделирующие переход между адгезионными моделями. Таблицу взаимосвязей между параметрами можно найти в [28]. В заключение рассмотрения адгезионных моделей взаимодействия сферы и плоскости можно отметить работу [29], в которой представлена «карта адгезионных сил». Вводятся следующие обозначения: деформация, возникающая из-за упругого взаимодействия:

$$\delta_{el} = \frac{a^2}{R} \quad (1.67)$$

деформация, возникающая из-за адгезионного взаимодействия:

$$\delta_{adh} = -\frac{2\sigma_0}{E^*} \sqrt{c^2 - a^2}, \quad (1.68)$$

адгезионная сила, обусловленная наличием второго слагаемого в уравнении (1.47):

$$F_{adh} = -2\sigma_0 c^2 \left(\cos^{-1} \frac{a}{c} + a \sqrt{c^2 - a^2} \right). \quad (1.69)$$

В этом случае, в зависимости от прикладываемого усилия \bar{F} (см. (1.53)) и значения параметра λ , можно получить области применимости вышеуказанных теорий (рис. 1.10). Граница между областями M-D (Maugis-Dugdale) и JKR, а также между областями M-D и DMT естественно условная: там, где применимы теории DMT или JKR применима и теория M-D. Значения 0.05 и 20 являются достаточно условными, так как выбраны из соображений $0.05 \ll 1 \ll 20$.

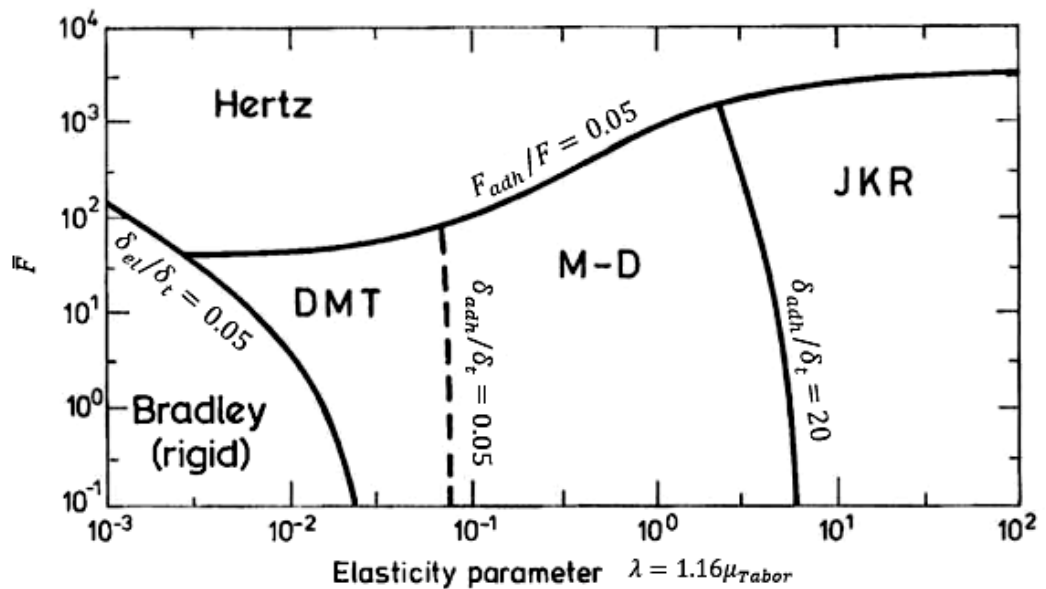


Рисунок 1.10 – «Карта адгезионных сил» (нарисовано с использованием [29]).

Представленные выше адгезионные модели подходят только для идеально гладких тел и поверхностей. Влияние шероховатостей на адгезию описано в работе [30].

Для приборов, использующих в качестве контактирующих с поверхностью зондов алмазные инденторы весом в сотые доли карата и пьезорезонансные датчики с характерным размером резонирующих элементов миллиметры, силы взаимодействия попадают в область модели взаимодействия Герца. Описание влияния поверхности на частоту резонанса зонда будет проводиться в соответствии с данной моделью. Однако, кроме резонансной частоты у зонда есть еще механическая добротность, и анализ влияния явлений в области контакта на

амплитуду колебаний зонда предполагает учет всего спектра сил взаимодействия острия с поверхностью. Адгезионные силы являются одним из претендентов на роль фактора, являющегося причиной гашения колебаний при контакте острия зонда с поверхностью.

1.5 Инструментальное индентирование: упругие и пластические деформации

Сегодня метод наноиндентирования является вполне сформировавшимся подходом, лежащим в основе работы целого ряда приборов. Описание данного метода измерения можно найти, например, в работе [31] или в книгах [11,32]. Следует отметить, что связь наклона разгрузочной кривой с модулем упругости материала была установлена еще в 1970-х годах [33] Булычевым, Алехиным и другими.

Рассмотрим процесс внедрения индентора в образец. Следуя [32], введем обозначения рис. 1.11. Индентор погружается до глубины h_{max} , при этом часть индентора, которая контактирует с материалом, имеет высоту h_c (рис. 1.11. а). При разгрузке остаточная величина деформации равна h_r . Итоговая диаграмма нагрузка-разгрузка представлена на рис. 1.11 б).

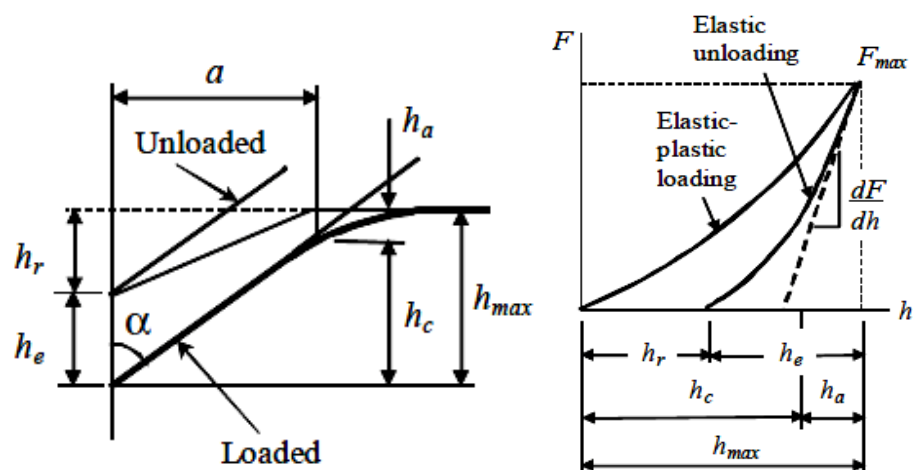


Рисунок 1.11 – а) Внедрение индентора в образец б) Диаграмма нагрузка – разгрузка.
[32].

При описании процесса разгрузки используется предположение о том, что по всей области контакта индентора образец находится в состоянии пластической деформации. В таком случае, после восстановления отпечаток на поверхности материала будет во всей области, где присутствовал контакт. Кроме того, проекция контактной поверхности на плоскость образца при максимальном нагружении совпадет с проекцией остаточного отпечатка на плоскость образца. Обозначим площадь данной проекции A_c .

Постулируется, что процесс разгрузки является чисто упругим и его описание можно строить, основываясь на уравнениях, описывающих чисто упругое взаимодействие. Из [9] известно, что для упругого взаимодействия индентора любой осесимметричной формы с плоской поверхностью имеет место соотношение:

$$\frac{dF}{dh} = E^* 2a, \quad (1.70)$$

где a - радиус, соответствующий контактной площади A_c :

$$a = \sqrt{\frac{A_c}{\pi}}. \quad (1.71)$$

Символом E^* обозначен эффективный модуль, определенный соотношением

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_{ind}^2}{E_{ind}}. \quad (1.72)$$

Здесь, в свою очередь: E и E_{ind} - модули Юнга материала и индентора, ν и ν_{ind} - коэффициенты Пуассона материала и индентора соответственно.

Уравнение (1.70) хорошо описывает поведение разгрузочной кривой для целого ряда материалов [9], однако сходу не понятно, почему оно является верным для случая разгрузки индентора, ведь индентор выходит из углубления в деформированном материале, а не из плоской поверхности. Данный факт объясняется в работе [34] путем введения понятия эффективная форма индентора.

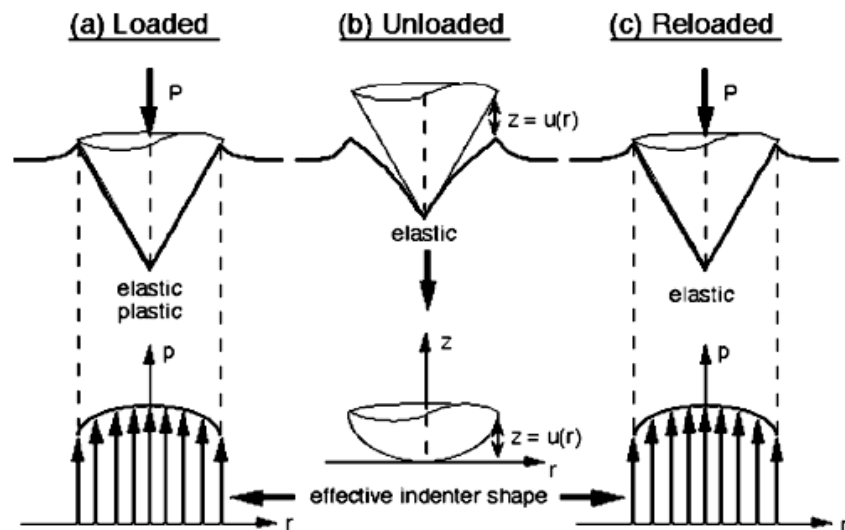


Рисунок 1.12 – К объяснению эффективной формы индентора [31].

Как следует из рис 1.12, эффективной формой $z = u(r)$ является форма индентора, приводящая к таким же напряжениям в направлении нормали к недеформированной поверхности, к каким приводит взаимодействие конического индентора с углублением, полученным в ходе пластической деформации. Реальная эффективная форма определяется результатом всей совокупности упругих и пластических деформаций в материале, при этом она является гладкой функцией глубины. Моделирование методом конечных элементов показало, что эффективная форма может быть достаточно точно аппроксимировано функцией вида:

$$z = Br^n, \quad (1.73)$$

где значение n изменяется от 2 до 6 в зависимости от свойств материала.

Факт неосесимметричности индентора предлагается учитывать с помощью поправочного коэффициента β_{ind} . С учетом коэффициента β_{ind} соотношение (1.70) принимает вид [31]:

$$\frac{dF}{dh} = 2\beta_{ind}E^*\sqrt{\frac{A_c}{\pi}}. \quad (1.74)$$

Значение коэффициента β_{ind} немного отличается от единицы, в работе [31] значение 1.05 предлагается в качестве некоторой ориентировочной величины.

Соотношением, дополняющим уравнения (1.71), (1.74) до полной системы, будет формула, связывающая максимальную силу индентирования и твердость материала:

$$H = \frac{F_{max}}{A_c}. \quad (1.75)$$

Контактная площадь A_c в данном случае является однозначной функцией контактной глубины: $A_c(h_c)$. Определение величины h_c приведено на рисунке 1.11. Контактной глубиной называется разница вертикальных координат точек, в которых поверхность индентора начинает касаться поверхности материала, и кончика индентора. В простейшей модели данная величина может быть связана с максимальной глубиной погружения с помощью соотношения:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{F_{max}}{dF/dh}. \quad (1.76)$$

Из решения чисто упругой задачи [32] следует, что в случае индентирования образца торцом цилиндра $\varepsilon = 1$, для сферы $\varepsilon = 1/2$, для конуса $\varepsilon = \frac{2(\pi-2)}{\pi} \approx 0.73$, для индентора в форме пирамиды Берковича [31] используется значение $\varepsilon = 0.75$.

В результате калибровки индентора на материале с заданными значениями твердости H и модуля упругости $\frac{E}{1-\nu^2}$ получается экспериментальная зависимость $A(h_c)$, называемая функцией формы индентора. Измерение других образцов производится с помощью уравнений (1.71), (1.74), (1.75), (1.76), которые могут быть сведены в следующую систему:

$$\begin{cases} \frac{dF}{dh} = \beta \frac{E^*}{2} \sqrt{\frac{A_c(h_c)}{\pi}} \\ H = \frac{F_{max}}{A_c(h_c)} \\ h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{F_{max}}{dF/dh} \end{cases} . \quad (1.77)$$

Описанный подход является базовым для метода инструментального индентирования, и он лежит в основе измерения твердости и модуля Юнга всеми модификациями наноинденторов, включая «НаноСкан».

1.6 Капиллярные силы.

При работе на открытом воздухе, особенно при повышенной влажности, на поверхности образцов и на острие зонда неизбежно появление тонких слоев адсорбированной воды. Влияние капиллярных сил также существенно при искусственном увлажнении поверхности образца или работе с образцами, покрытыми тонкими пленками разного рода лубрикаторов. Типичная картина мениска, возникающего между сферическим острием и плоской поверхностью приведена на рис. 1.13.

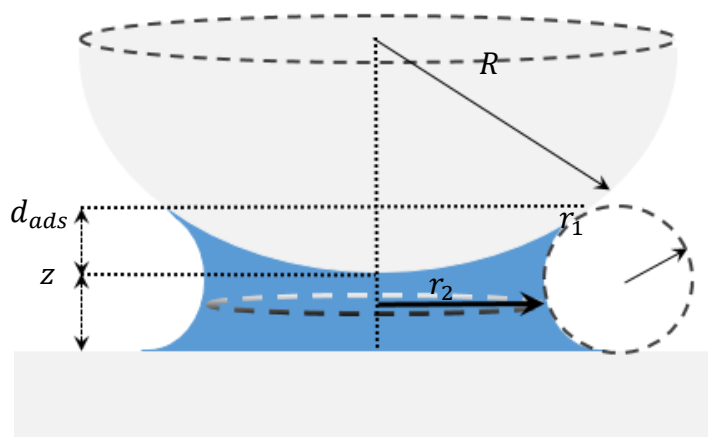


Рисунок 1.13 – Мениск между сферической каплей и поверхностью.

Оценку толщины слоя адсорбированной жидкости можно получить, используя формулу Кельвина, описывающую равновесное давление пара над каплей жидкости ([13]):

$$\left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2}\right)^{-1} = r_k = \frac{\sigma_{sur_t} V}{R_{thermo} T \log\left[\frac{p_{vap}}{p_{sat}}\right]}, \quad (1.78)$$

где $R_{thermo} = 8.31$ Дж/(моль·К), σ_{sur_t} – коэффициент поверхностного натяжения, p_{vap} – давление в котором находится мениск, p_{sat} – давление насыщенного пара, V – молярный объем. Для воды при $T = 20^\circ \text{C}$ $\sigma_{sur_t} V / R_{thermo} T = 0.54$ нм. При изменении относительной влажности от $RH = 10\%$ до $RH = 90\%$ значения r_k меняются от 0.5 нм до 1.6 нм. Данные числа представляют оценку минимальной толщины поверхностного слоя воды, состоящего из мелких капелек, не испаряющихся благодаря поверхностному натяжению. Такая картина возможна на идеально гидрофобных или олифобных поверхностях, в реальной ситуации огромную роль играют силы взаимодействия между атомами и молекулами жидкости и поверхности. Адсорбированный слой, находящийся на гидрофильной или олиофильной поверхности, может быть сплошным и в этом случае его толщина зависит как от химических свойств поверхности, так и от «относительной влажности» окружающей атмосферы.

Сила взаимодействия между сферой и поверхностью для геометрии, представленной на рис. 1.13, может быть записана в виде [13]:

$$F = \frac{2\pi R \sigma_{sur_t} (\cos\theta_1 + \cos\theta_2)}{1 + z/d_{ads}}. \quad (1.79)$$

Данное выражение позволяет произвести оценку действующих сил для случая полного смачивания.

В работе [35] был произведен учет потерь, возникающих из-за образования и разрыва мениска около кончика зонда. Движение зонда описывалось путем численного решения уравнения, рассматривающего зонд как систему с сосредоточенными параметрами. Сила, действующая на зонд, была представлена в виде потенциального взаимодействия по модели Герца, Ван-дер-Ваальсовых сил, действующих в бесконтактной области, а также капиллярных сил, представленных зависимостью вида (1.79), в случае полного смачивания ($\theta_1 = 0, \theta_2 = 0$). Считается, что капиллярные силы возникают при $z < d_{on}$, а разрыв мениска происходит при $z > d_{off}$ (рис. 1.14).

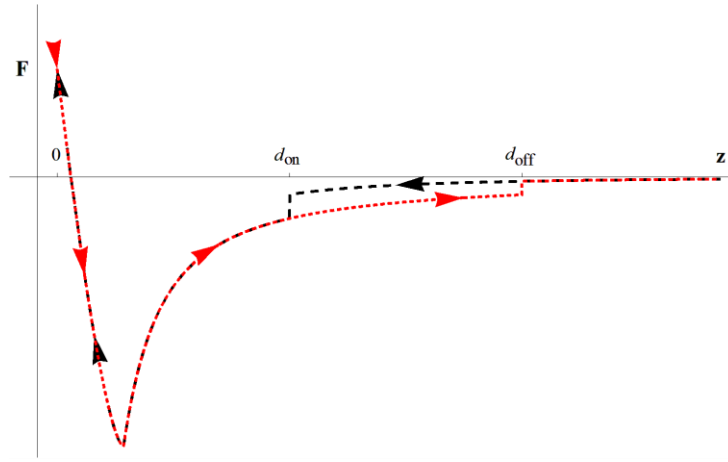


Рисунок 1.14 – Зависимость полной силы от расстояния зонд-поверхность, согласно [35].

Для оценки d_{on} и d_{off} используется следующая модель: зонд и поверхность покрыты слоем жидкости толщиной h_{ads} , вытесненная жидкость образует мениск:

$$V_{men} = 4\pi R h_{ads}^2 + \frac{4}{3}\pi h_{ads}^3 + 2\pi a_{cont}^2 h_{ads}. \quad (1.80)$$

Условием образования мениска и возникновения капиллярных сил предлагается считать перекрытие адсорбированных слоев:

$$d_{on} = 2h_{ads}. \quad (1.81)$$

Расстояние d_{off} между зондом и поверхностью, при котором происходит отрыв зонда от поверхности, можно оценить по формуле [36]:

$$d_{off} = \left(1 + \frac{\theta}{4}\right) \left(V_{men}^{\frac{1}{3}} - \frac{2}{5} \frac{V_{men}^{\frac{2}{3}}}{R}\right), \quad (1.82)$$

полагая контактный угол $\theta = 0$.

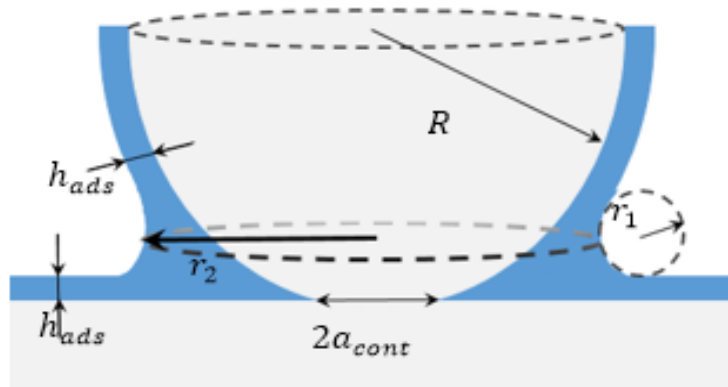


Рисунок 1.15 – Контакт сферы и поверхности, покрытых слоем жидкости [35].

При расчетах полагают, что объем мениска не меняется при движении и соответствует ситуации контактного радиуса по модели DMT при нулевой нагрузке (1.35). В этом случае энергия W согласно выражению (1.25) заменена на величину $2\gamma_{SV}$ (γ_{SV} – энергия поверхностного натяжения воды):

$$a_0 = \sqrt[3]{\frac{3\pi\gamma_{SV}}{K} R^2}. \quad (1.83)$$

Далее в уравнение движения зонда, как системы с сосредоточенными параметрами, добавлялась капиллярная сила вида (1.79). Понятно, что в случае наличия контакта будет наблюдаться отклонение силы от указанной зависимости, которая при $z = -d_{ads}$ стремится к бесконечности. Для упрощения расчетов предполагалось, что если $z < Z_{0_capillar}$, то сила остается постоянной и равной таковой при $z = Z_{0_capillar}$, где $Z_{0_capillar}$ – межмолекулярное расстояние, соответствующее минимуму силы, изображенной на рисунке 1.14 и описанной выше. По смыслу данный параметр близок к равновесному положению между атомами для потенциала Леннарда-Джонса (см. (1.60)-(1.63)). Уравнение движения решалось методами Рунге-Кутты и для нахождения величины средней за период мощности диссипации использовалась формула [37]:

$$P_{diss} = \frac{k_c A^2 \omega_0}{2Q} \left(\frac{A_0}{A} \sin(\varphi) - 1 \right), \quad (1.84)$$

где k_c – константа жесткости кантилевера, ω_0 – собственная частота колебаний, A_0 – амплитуда колебаний свободного зонда, A – амплитуда колебаний зонда в случае наличия потерь, Q – добротность зонда, φ – фаза колебаний. Данная величина связана с диссипируемой за период энергией соотношением:

$$P_{diss} = \frac{1}{T} \oint F_{tip-sample} dz = \frac{W_{diss}}{T}. \quad (1.85)$$

Результат вычислений представлен на рис. 1.16. В расчете использовались константы: $R = 20\text{ нм}$, $\gamma_{SV} = 72 \frac{\text{мДж}}{\text{м}^2}$, $Q = 400$, $k_c = 27.5 \text{ Н/м}$, $f_0 = 280 \text{ кГц}$. Для вычисления Ван-дер-Ваальсовых сил притяжения была использована константа Гамакера равная $6 \cdot 10^{-20} \text{ Дж}$. Упругие постоянные были выбраны равными таковым для кремния, полагая, что зонд и образец изготовлены из одного и того же материала. Энергия, равная площади петли гистерезиса капиллярных сил (рис. 1.14), может быть вычислена по формуле [38]:

$$E_{tip} = 4\pi\gamma_{SV} R h_{ads} \text{Log} \left(\frac{d_{off} + h_{ads}}{3h_{ads}} \right). \quad (1.86)$$

Зависимость мощности капиллярных сил представлена на рис. 1.16 в виде пунктирной линии. Зависимость (1.86) будет использована в дальнейшем для оценки роли потерь энергии, связанных с капиллярными силами для пьезорезонансных зондов. Но уже сейчас понятно, что

эти силы не должны оказывать сколь угодно заметное влияние на колебания вполне макроскопического зонда, используемого в приборах «НаноСкан».

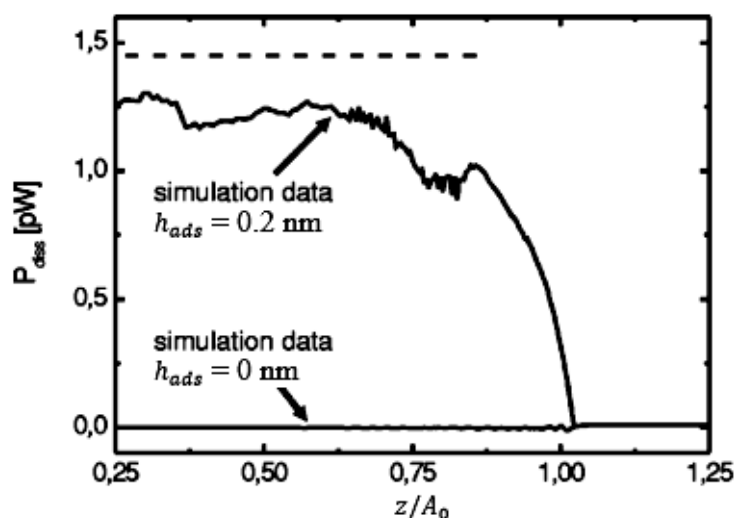


Рисунок 1.16 – Средняя мощность диссипации согласно [35].

Данный подход основывается на очень простых представлениях и позволяет получить только общую оценку влияния смачиваемости. Применимость уравнения Кельвина может оказаться весьма ограниченной, как вследствие неравновесности процесса, так и вследствие малости рассматриваемых размеров мениска. В работе [39] проводилось изучение вида водяного мостика между двумя поверхностями слюды при $R \approx 2.5$ см оптическими методами. Скорость отвода поверхностей была около 1 мкм/с. После анализа измерений было предложено несколько моделей разрыва капиллярного мостика между контактирующими поверхностями (рис. 1.17).

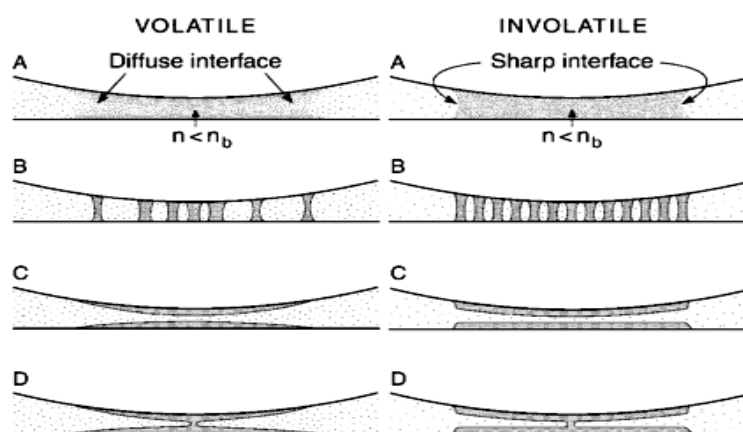


Рисунок 1.17 – Возможные варианты разрыва мениска

Из предложенных вариантов предпочтение отдали варианту D, как наиболее вероятному. В частности было указано, что данный результат подтверждается изображениями, полученными с помощью сканирующего электронного микроскопа [40].

В работе [41] было проведено численное моделирование ситуации когда зонд АСМ отводится от поверхности золота. Использовались методы функционала электронной плотности (density function theory: DFT) и кинетический метод функционала электронной плотности (kinetic density function theory: KDFT). Были рассмотрено несколько скоростей отвода зонда от поверхности V_{pull} : 17 см/с, 10 см/с, 5 см/с, 0.5 см/с. Для радиуса кривизны острия зонда 30 нм и 20 нм полученные результаты приведены рис. 1.18. При расчетах полагалось, что относительная влажность 60%; энергия взаимодействия поверхности образца с жидкостью была выбрана равной $w_s = 7.70$ кДж/моль, энергия взаимодействия кончика зонда с жидкостью была выбрана равной $w_t = 4.77$ кДж/моль. Жидкость была промоделирована как двумерный решеточный газ с энергией взаимодействия 4.77 кДж/моль, что соответствует случаю полной смачиваемости поверхности для всех температур [42].

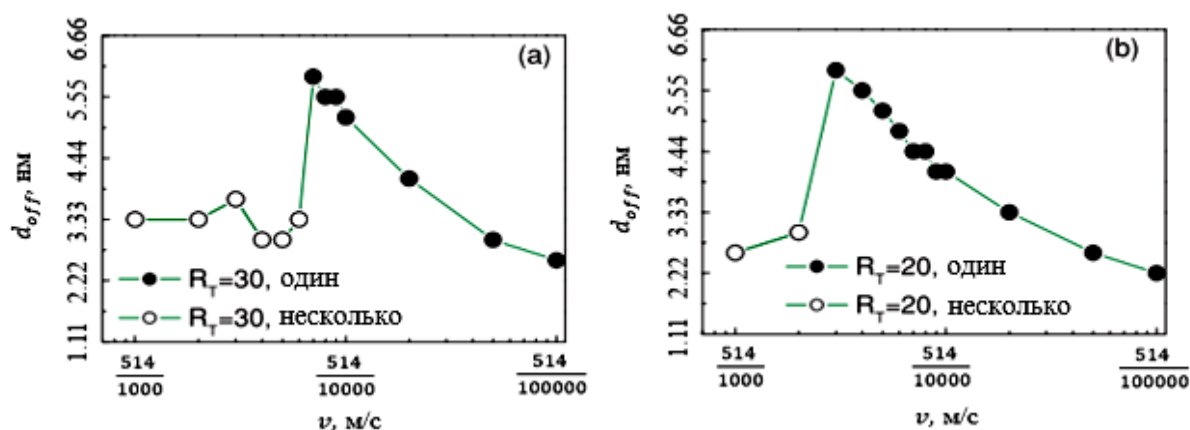


Рисунок 1.18 – Зависимость расстояния отрыва от скорости отвода сферического зонда от поверхности.

Из результатов следует, что для радиуса кривизны 30 нм при скоростях ~ 8.6 см/с происходит смена механизма разрыва мениска и перед разрывом образуется несколько водяных мостиков, так как это изображено на рис. 1.17 В. Кроме того, с уменьшением радиуса кривизны от 30 нм до 20 нм это значение скорости увеличивается до ~ 17 см/с. По мере удаления зонда от поверхности все молекулы в конечном итоге возвращаются в исходное состояние (рис. 1.20).

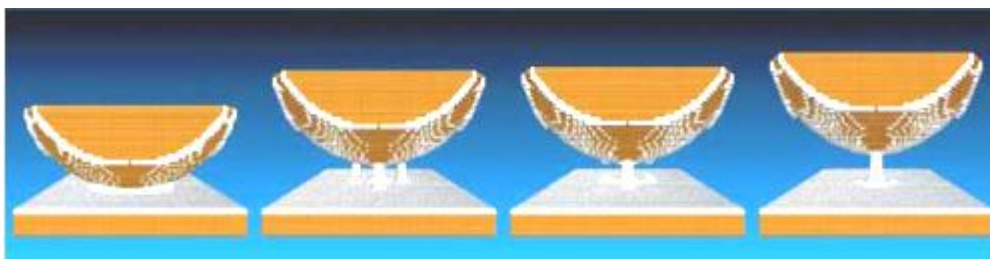


Рисунок 1.19 – Расчетное поведение капиллярных мостиков в процессе отвода зонда с $R=50$ нм от поверхности при расстояниях 0 нм, 3.7 нм, 4.07 нм и 5.55 нм.

Как видно из изображений, представленных на рисунке 1.19, в процессе отвода образуется несколько капиллярных мостиков. Часть, расположенная на периферии, рвется первой, при дальнейшем растяжении рвется и центральный мостик. Таким образом, процесс окончательного отвода зонда от поверхности соответствует выводам, сделанным в работе [41].

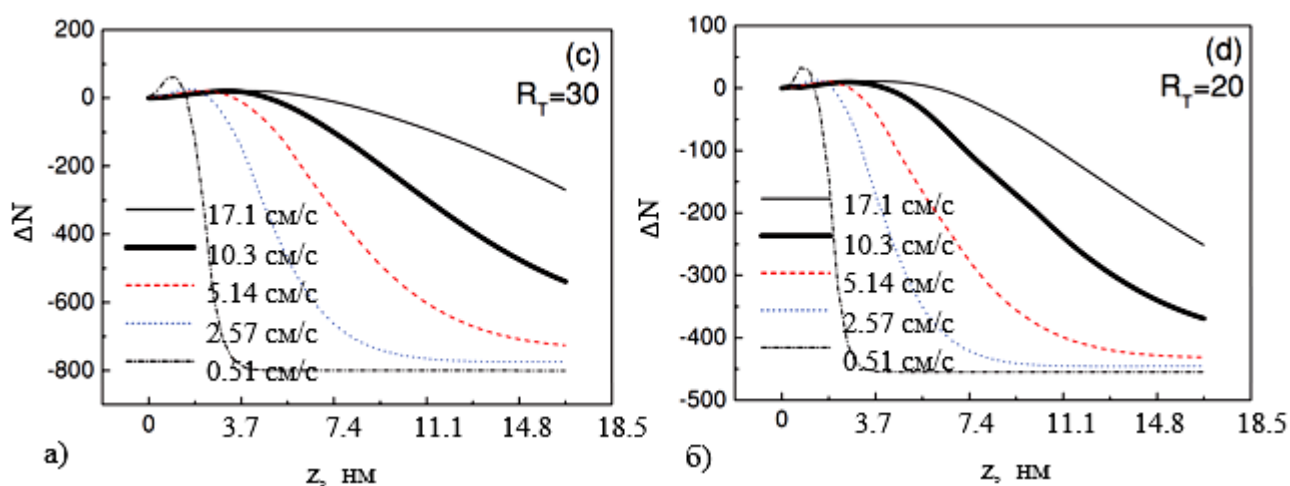


Рисунок 1.20 – Разница между числом молекул, находящихся в переходном состоянии, и числом молекул в начальном состоянии при $z = 0$ для радиусов кривизны кончика индентора 30 нм (а) и 20 нм (б).

В работе [41] было проанализировано влияние изменения относительной влажности и энергии взаимодействия зонд-жидкость W_t на критическое расстояние отрыва d_{off} при различных скоростях отвода зонда. Также была вычислена разница между числом молекул, находящихся в переходном состоянии и числом молекул в начальном состоянии при $z = 0$ в зависимости от расстояния зонд – образец. Для всех численных экспериментов радиус кривизны кончика зонда был выбран равным 30 нм. Результаты расчетов представлены на рисунках 1.22 и 1.23.

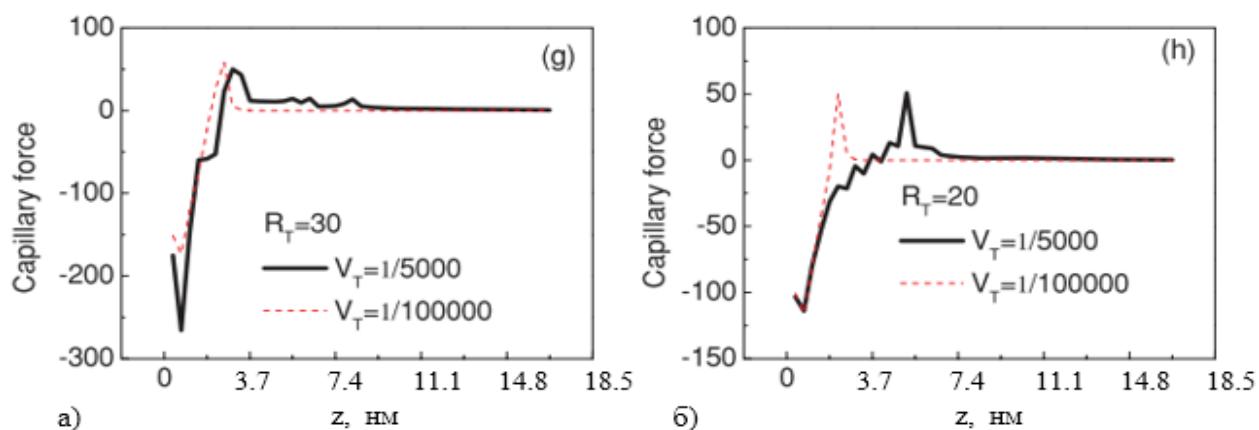


Рисунок 1.21 – Расчетная зависимость капиллярной силы (одна у.е. силы составляет 0.021 нН) от расстояния между образцом и зондом для радиусов кривизны иглы 30 нм (а) и 20 нм (б).

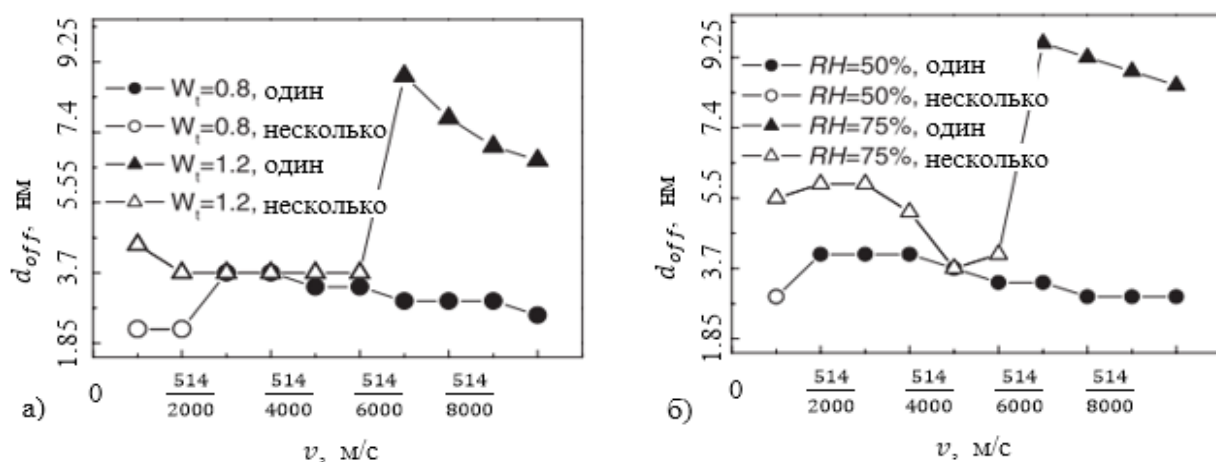


Рисунок 1.22 – Зависимость расстояния отрыва от скорости отвода сферического зонда от поверхности для различных величин энергий взаимодействия зонд-образец (а), и различных значений влажности (б).

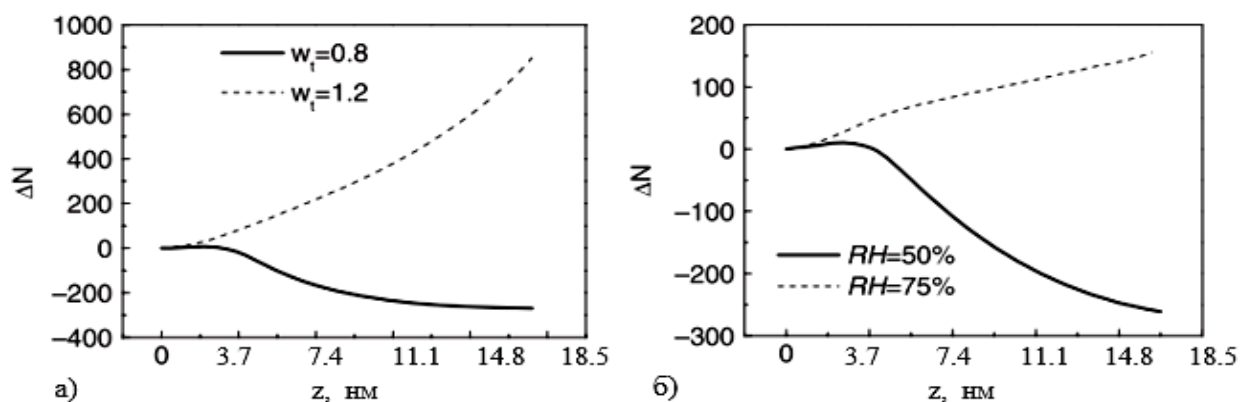


Рисунок 1.23 – Разница между числом молекул, находящихся в переходном состоянии, и числом молекул в начальном состоянии при $z = 0$ для различных величин энергий взаимодействия зонд – образец (а), и различных значений влажности (б).

Приведенные данные позволяют оценить скорости отрыва зонда от поверхности, при которых процесс становится неравновесным и уравнение (1.78) перестает быть верным. Существенным результатов является вывод об изменении геометрии отрывающейся жидкости. Образование множества мостиков говорит о невозможности применения уравнения (1.79).

1.7 Данные о толщинах слоев адсорбированных жидкостей

В работе [43] методами эллипсометрии были осуществлены оценки толщины слоя воды и ряда других веществ, образующихся на поверхности кремния и слюды при различных значениях «относительной влажности» и комнатной температуре:

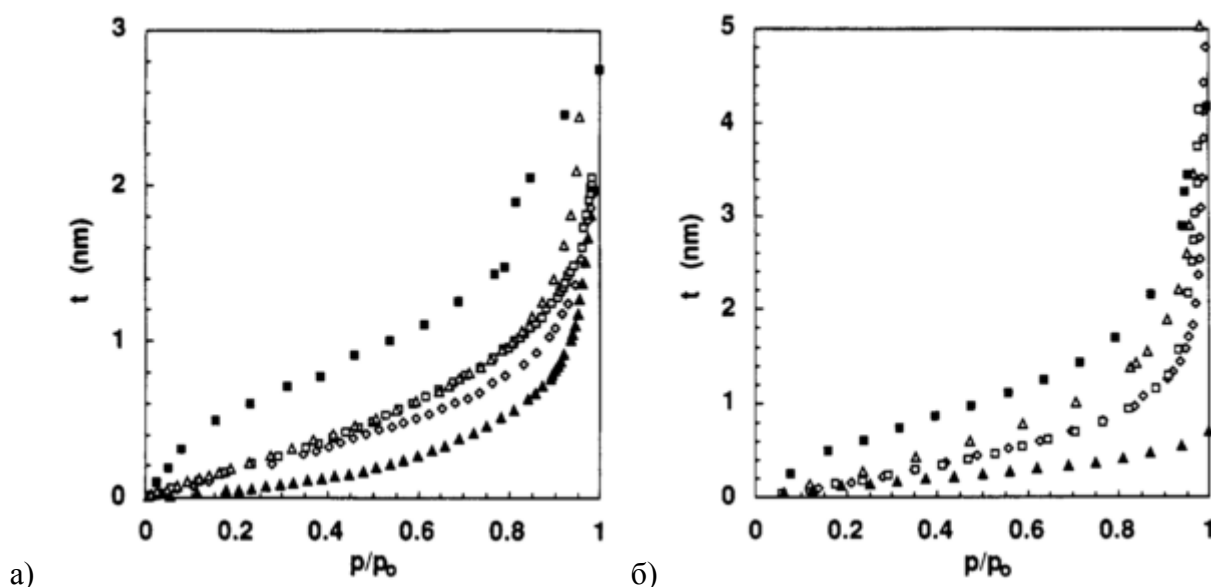


Рисунок 1.24 – Зависимость толщины адсорбированного слоя от относительной влажности. Заполненные треугольники соответствуют экспериментальным значениям для адсорбции воды, незаполненные ромбики – циклогексан, незаполненные квадратики – тетрахлорметан, незаполненные треугольники – n – пентан, заполненные треугольники – октаметилциклотетрасилоксан (OMCTS) а): подложка из слюды, б): подложка из кремния [43].

В работе [44] с помощью эллипсометрии были измерены толщины слоя воды, адсорбированной на чистом железе, оксидном покрытии и различных сплавах (St-38, КТ 45). Толщина оксидного покрытия составляла от 4 нм до 6 нм. Через рабочую камеру со скоростью 13 ± 2 л/ч продувался воздух с относительной влажностью от 60 до 100 %. Полученные значения толщин адсорбированных слоев представлены на рис. 1.25.

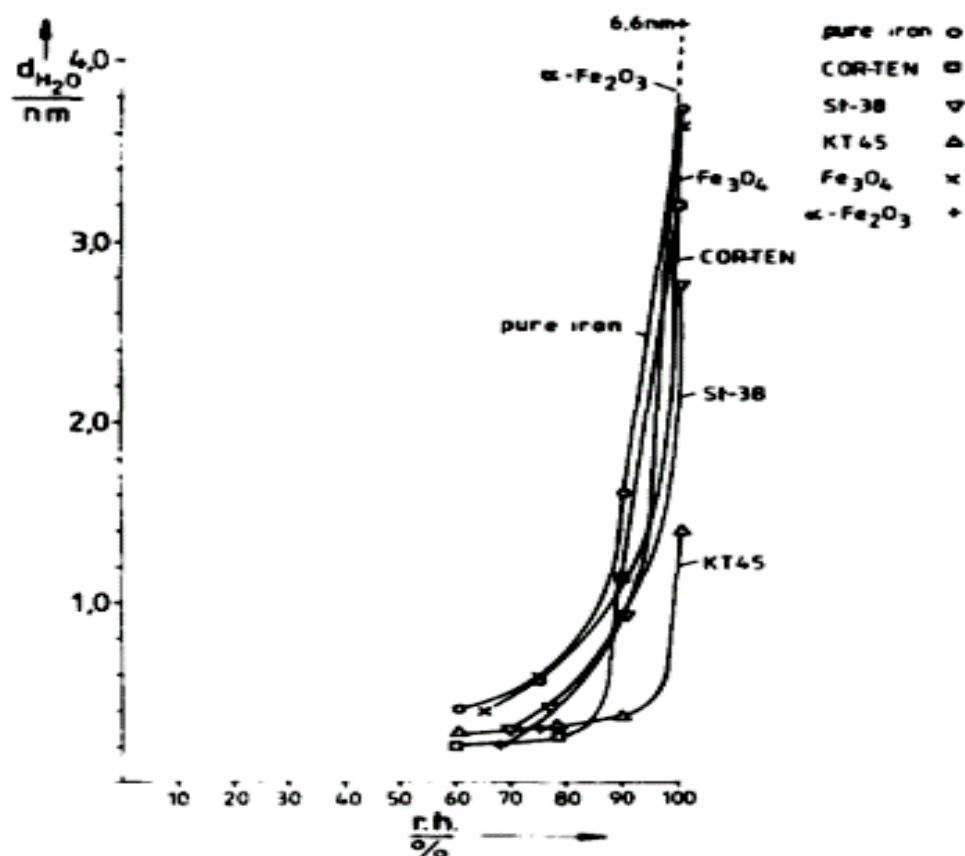


Рисунок 1.25 – Толщины адсорбированных слоев для различных материалов [44].

Из приведенных данных следует, что слои адсорбированной воды и других летучих веществ могут иметь вполне значимую толщину и влиять на работу АСМ. Толщина этих слоев, а значит, и их влияние могут быть минимизированы путем создания атмосферы свободной от паров этих веществ и использованием гидрофобных или соответственно олиофобных поверхностей и инденторов. При этом придание гидрофобных свойств поверхности и острию зонда путем химической обработки вряд ли целесообразно, поскольку поверхностно активные вещества склонны к образованию устойчивых пленок на обработанных материалах. Влияние этих пленок может быть вполне сопоставимо с ролью адсорбированных слоев летучих веществ, присутствующих в окружающей атмосфере.

1.8 Вязкое растекание жидкости под острием зонда

Среди режимов работы сканирующих зондовых микроскопов есть режимы работы в жидкости или капле, когда образец, зондирующее острие или весь зонд погружаются в жидкость и исследование происходит в вязкой среде. В этом случае существенными становятся

гидродинамические потоки и обусловленное ими вязкое трение, демпфирующее колебания зонда. Обзор результатов, объясняющих потери, обусловленные растеканием слоя вязкой жидкости, находящейся в области контакта острия зонда с поверхностью, будет представлен в данном разделе.

Существует много работ, посвященных движению кантилевера АСМ или тела, которым можно аппроксимировать кантилевер. Нас, в контексте данной диссертационной работы, интересует задача о колебаниях тела в жидкости в непосредственной близости от поверхности и выдавливании тонкого слоя жидкости при касании острия и поверхности. Предполагается, что кончик имеет форму, которую можно аппроксимировать сферической или параболической поверхностью. Расстояние от кончика зонда до поверхности образца обозначается $H(r, t)$. В общем случае гидродинамическое уравнение движения жидкости Навье-Стокса записывается в виде [45]:

$$\rho \left[\frac{\partial v_i}{\partial t} + v_k \frac{\partial v_i}{\partial x_k} \right] = F_i - \frac{\partial p}{\partial x_i} + \frac{\partial}{\partial x_k} \left[\mu \left(\frac{\partial v_i}{\partial x_k} + \frac{\partial v_k}{\partial x_i} - \frac{2}{3} \delta_{ik} \frac{\partial v_l}{\partial x_l} \right) \right] + \frac{\partial}{\partial x_i} \left(\zeta \frac{\partial v_i}{\partial x_i} \right), \quad (1.87)$$

где μ и ζ – первый и второй коэффициенты вязкости, F_i – внешние силы, отнесенные к единице объема жидкости. Символами v_i и x_i обозначены ортогональные компоненты скоростей и координат, ρ – плотность жидкости. Это уравнение рассматривается совместно с уравнением непрерывности:

$$\frac{\partial \rho}{\partial t} + \frac{\partial (\rho v_i)}{\partial x_i} = 0. \quad (1.88)$$

В предположении несжимаемости жидкости, пренебрегая действием массовых сил, считая, что толщина слоя много меньше радиуса кривизны зонда ($R \gg h_0$), а число Рейнольдса достаточно велико ($Re \sim R/h_0 \gg 1$) в цилиндрических координатах эти уравнения могут быть записаны в виде:

$$\begin{cases} \frac{\partial p}{\partial r} = \mu \frac{\partial^2 v_r}{\partial z^2} \\ \frac{\partial p}{\partial z} = 0 \end{cases}. \quad (1.89)$$

Данные уравнение с учетом граничных условий:

$$\begin{cases} v_r|_{z=H(r,t)} = 0 \\ v_z|_{z=H(r,t)} = \frac{\partial H(r,t)}{\partial t} \\ v_r|_{z=0} = 0 \\ v_z|_{z=0} = 0 \end{cases} \quad (1.90)$$

Сводятся к хорошо известному уравнению Рейнольдса:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r H^3 \frac{\partial p}{\partial r} \right) = 12\mu \frac{\partial H}{\partial t}. \quad (1.91)$$

Данный вид уравнения Рейнольдса используется в теории смазки [46]. Решение задачи о выдавливании жидкости круглыми пластинами ($H(r, t) = H(t)$) можно найти в учебнике по гидродинамике [47]. Данное уравнение было решено применительно к задачам, связанным с работой МЕМС и АСМ: в работе Sader [48] полагали, что осциллирующее тело обладает цилиндрической формой, в работах Vinogradova [49,50] полагали, что кантилевер АСМ имеет форму балки.

Решение для сферических тел, сталкивающихся в жидкости, представлено в работе [51]. При расчетах соударяющиеся области полагали имеющими параболическую форму. Считая, что расстояние между телами задается в виде $h(t) + \beta r^2$ (слагаемое βr^2 аппроксимирует поверхность сферы радиуса $a = \frac{1}{2\beta}$), было получено соответствующее выражение для силы:

$$F(t) = \frac{3\pi\mu\dot{h}(t)}{2\beta^2 h(t)}. \quad (1.92)$$

Стоит отметить, что полученные выражения относятся к бесконечному слою жидкости. Добавляя граничные условия, учитывающие конечную толщину слоя, можно внести необходимые уточнения, что будет сделано в главе 6 данной диссертации. Возможно объединение данного результата со Стоксовым решением задачи о движении сферического тела в жидкости:

$$F_{Stokes} = 6\pi\mu aV \quad (1.93)$$

Точный аналитический результат был получен в [52], в работе [53] было предложено аппроксимировать эту зависимость в виде суммы Стоксового решения и (1.92):

$$F = \frac{3\pi\mu A\dot{h}(t)}{\beta} \left(1 + \frac{1}{2\beta h(t)} \right). \quad (1.94)$$

Максимальное отличие (1.94) от решения [52] наблюдается при $\frac{1}{2\beta h(t)} = 0.55$ и составляет всего 6.4%.

Принципиальной особенностью чисто вязкого решения (1.92) является уход силы в бесконечность при $h(t) \rightarrow 0$. Исключить данную особенность можно, если скорость в момент касания будет равна нулю и выражение $\frac{\dot{h}(t)}{h(t)}$ останется конечным в точке касания. Учет

сжимаемости жидкости и упругости контактирующих поверхностей, естественно, ликвидирует данную сингулярность.

Иногда для устранения данной особенности видоизменяют граничные условия (1.90), подразумевающие полное прилипание жидкости к поверхности образца и острия. В этом случае вводится понятие длины проскальзывания λ (Максвелла - Навье). Обзор, содержащий экспериментальные данные и теоретические расчеты данной величины методами молекулярной динамики, сделан в [54]. Ниже представлен рисунок, объясняющий физический смысл λ .



Рисунок 1.26 – К объяснению явления проскальзывания жидкости на границе с твердым телом: профили скоростей жидкости для различных длин проскальзывания λ . (построено с использованием [54]).

С измененными граничными условиями решение уравнения (1.89) можно записать в виде [55]:

$$F = -f^* \frac{6\pi\mu a^2 \dot{h}(t)}{h(t)}, \quad (1.95)$$

где, следуя [56],

$$f^* = \begin{cases} 1, & \lambda = 0 \\ \frac{h(t)}{3\lambda} \left[\left(1 + \frac{h(t)}{6\lambda}\right) \text{Log} \left(1 + \frac{6\lambda}{h(t)}\right) - 1 \right], & \end{cases} \quad (1.96)$$

Такой подход устраняет расходимость решения при нулевых толщинах вязкого слоя, но появляется новый параметр, зависящий от свойств жидкости и сближающихся поверхностей.

Избежать ухода сил взаимодействия в бесконечность можно учтя упругие свойства жидкости и сталкивающихся тел. Подробный анализ данной ситуации будет проведен в главе 6, посвященной вязким потерям, возникающим при движении кончика пьезорезонансного зонда в слое жидкости, находящемся на поверхности исследуемого тела.

1.9 Модели вязкоупругого взаимодействия

Понятие линейной вязкоупругости было введено Максвеллом, предложившим уравнения, связывающие напряжение σ и относительное растяжение ε (см. например [57]):

$$\frac{d\sigma}{dt} = E \frac{d\varepsilon}{dt} - \frac{\sigma}{\lambda_{vis-el}}. \quad (1.97)$$

Данное уравнение переходит в уравнение движения вязкой жидкости при $\lambda \rightarrow 0$, $E \rightarrow \infty$ и $\lambda_{vis-el}E \equiv \eta = const$, где η – вязкость жидкости.

Позднее Мейер [58] ввел уравнения, связывающие сдвиговую деформацию γ , напряжение σ и вязкие свойства среды:

$$\sigma = G\gamma + \eta \frac{d\gamma}{dt}. \quad (1.98)$$

Данное уравнение сегодня называется уравнением Кэльвина-Фойгта.

Физическое поведение систем, починающихся этим двум уравнениям различно. При использовании модели Максвелла скачкообразное изменение напряжения приводит к ползучести («крипу»): происходит изменение деформации при отсутствии изменения напряжения, причем скорость этой деформации постоянна – данное модельное представление означает бесконечное удлинение образца при постоянном приложенном напряжении, что естественно не реализуемо для реальных образцов из любых материалов. После снятия приложенного напряжения происходит частичное упругое восстановление размеров образца. При резком изменении деформации происходит экспоненциальный спад напряжения.

В отличие от среды Максвелла, резкое изменение приложенного напряжения к среде, описываемой моделью Кэльвина-Фойгта, приводит к ограниченной деформации образца. Реакция на скачкообразное изменение деформации для данной среды также имеет вид, отличный от среды, описываемой моделью Максвелла.

Больцман критиковал работы Максвелла и Мейера за отсутствие общности [57]. Им был предложен принцип суперпозиции. Основная идея данного подхода связана с взаимной независимостью событий последовательно происходящих с материалом. Физический смысл принципа Больцмана состоит в том, что структура и свойства материала не изменяются при деформировании [59]. Математической формулировкой принципа Больцмана являются уравнения Больцмана-Воллтерры:

$$\varepsilon(t) = \int_0^t \frac{d\sigma}{dt'} [I_0 + \psi(t - t') + \frac{t-t'}{\mu}] dt', \quad (1.99)$$

$$\sigma(t) = \int_0^t \frac{d\varepsilon}{dt'} [\phi(t - t') + E_\infty] dt', \quad (1.100)$$

где μ – вязкость, $\psi(t)$ – функция ползучести, I_0 – постоянная податливость; для линейных вязкоупругих материалов эти величины не зависят от текущего напряжения. Символом E_∞ обозначен равновесный модуль упругости, $\phi(t)$ – функция релаксации. Величины $(\mu, \psi(t), I_0, E_\infty, \phi(t))$ характеризуют реакцию системы на скачок деформации или напряжения и, для нелинейных материалов, могут зависеть от величины скачка; уравнения (1.99) и (1.100) написаны для линейных вязкоупругих материалов и вид функций и физические параметры от величины скачка не зависят. Именно поэтому связь между напряжением и деформацией возможно представить в интегральном виде (1.99), (1.100).

Среды Максвелла и Кельвина-Фойгта часто изображаются в виде параллельно и последовательно соединенных упругих и вязких элементов (пружинок и демпферов) (см. например [59]). Соответствующие схемы для моделей Максвелла и Кельвина-Фойгта представлены на рисунке 1.27. Более сложные системы содержат большее число элементов: пример среды с запаздывающей упругостью [10] представлен на рис. 1.27 в).

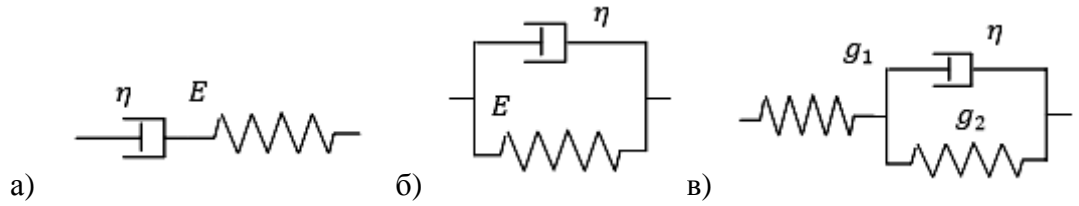


Рисунок 1.27 – Различные реологические модели: а) – модель Максвелла, б) – модель Кельвина-Фойгта, в) – модель среды с запаздывающей упругостью.

Для образцов, взаимосвязь напряжения и деформации у которых представляется с помощью нескольких соединенных между собой элементов Максвелла и Кельвина-Фойгта, можно написать общее уравнение, связывающее деформации и напряжения:

$$\sum_n^N A_n \frac{d^n \varepsilon}{dt^n} = \sum_m^M B_m \frac{d^m \sigma}{dt^m}. \quad (1.101)$$

Эти уравнения – дифференциальный аналог (1.99) и (1.100). Уравнения (1.99), (1.100) и (1.101) являются одномерными. Их трехмерные варианты, полученные заменой одномерных переменных на тензоры ($\varepsilon \rightarrow \varepsilon_{i,j}$, $\psi \rightarrow \psi_{i,j,k,l}$ и так далее), можно найти в [60]. Так как

рассмотрение всех процессов в данной диссертации проводится для изотропных материалов, ниже приведен трехмерный аналог уравнения (1.101) для изотропной среды [61]:

$$\begin{cases} \sum_{i=0}^{i=I_1} p_i^d \frac{\partial^i}{\partial t^i} \sigma^d(t) = \sum_{i=0}^{i=I_2} q_i^d \frac{\partial^i}{\partial t^i} 2\varepsilon^d(t) \\ \sum_{i=0}^{i=J_1} p_i^v \frac{\partial^i}{\partial t^i} \sigma^v(t) = \sum_{i=0}^{i=J_2} q_i^v \frac{\partial^i}{\partial t^i} 3\varepsilon^v(t) \end{cases}. \quad (1.102)$$

Первое уравнение системы (1.102) содержит девиаторные части тензоров растяжения и деформации (индекс d), второе уравнение – шаровые (индекс v).

Ли [62] предложил принцип вязкоупругого соответствия, состоящий в применении к дифференциальным уравнениям, связывающим тензоры деформации и напряжения, преобразования Лапласа, после чего получается эквивалентная упругая система уравнений. Применение преобразования Лапласа к уравнениям (1.102) приводит к системе вида:

$$\begin{cases} \sum_{i=0}^{i=I_1} p_i^d s^i \widehat{\sigma_{k,l}^d(s)} = \sum_{i=0}^{i=I_2} q_i^d s^i 2\widehat{\varepsilon_{k,l}^d(s)} \\ \sum_{i=0}^{i=J_1} p_i^v s^i \widehat{\sigma_{k,l}^v(s)} = \sum_{i=0}^{i=J_2} q_i^v s^i 3\widehat{\varepsilon_{k,l}^v(s)} \end{cases}, \quad (1.103)$$

которая описывает уравнения связи напряжения $\widehat{\sigma_{k,l}^d(s)}$ и деформации $\widehat{\varepsilon_{k,l}^d(s)}$ для чисто упругой среды с «новыми» значениями модуля сдвига $\widehat{G(s)}$ и объемного сжатия $\widehat{K(s)}$:

$$\widehat{G(s)} = \frac{\sum_{i=0}^{i=I_2} q_i^d s^i}{\sum_{i=0}^{i=I_1} p_i^d s^i}, \quad (1.104)$$

$$\widehat{K(s)} = \frac{\sum_{i=0}^{i=J_2} q_i^v s^i}{\sum_{i=0}^{i=J_1} p_i^v s^i}. \quad (1.105)$$

Для граничных условий в виде [63]:

$$T_j(\widehat{x, s}) = \sigma_{ij}(\widehat{x, s}) n_i \quad x \in \Gamma_T, \quad (1.106)$$

$$U_j(\widehat{x, s}) = u_j(\widehat{x, s}) \quad x \in \Gamma_U, \quad (1.107)$$

где $\widehat{\varepsilon_{ij}(s)} = \frac{1}{2} \left[\frac{\partial \widehat{u_i(s)}}{\partial x_j} + \frac{\partial \widehat{u_j(s)}}{\partial x_i} \right]$, Γ_T – область, где задана сила, Γ_U – область, где задано смещение, x – пространственная координата, то в случае решения этих уравнений для компонент $\widehat{u_j(x, s)}$ и $\widehat{\sigma_{ij}(x, s)}$, решения $u_j(x, t)$ и $\sigma_{ij}(x, t)$ получаются обратным преобразованием Лапласа. Такое решение реализуемо, когда области Γ_U и Γ_T не изменяется во времени. Radok и Lee [64], используя подход, предложенный ранее Radok [65], для задачи о внедрении сферы в

вязкоупругую поверхность, расширили метод преобразований Лапласа на случай возрастающей площади контакта. Взаимосвязь между напряжением и деформацией была представлена в виде:

$$P\sigma_{ij}^d = Q\varepsilon_{ij}^d, \quad (1.108)$$

$$P'\sigma_{ii} = Q'\varepsilon_{ii}, \quad (1.109)$$

где P, Q, P', Q' - линейные операторы, в которых время выступает в качестве переменной. Эти операторы могут быть интегральными (как уравнения (1.99) и (1.100)) или дифференциальными (как уравнение (1.102)). Рассматривались несжимаемые водоподобные материалы ($\nu = 1/2$), однако это условие не является обязательным. Было показано, что в случае, соответствующем геометрии модели Герца, связь между полной силой и углублением может быть представлена в виде:

$$P[F(t)] = \frac{8}{3}\sqrt{R}Q[h(t)^{3/2}]. \quad (1.110)$$

Таким образом, если девиаторные напряжения и деформации связаны соотношениями

$$\varepsilon^d(t) = \int_0^t \frac{d\sigma^d}{dt'} \psi(t-t') dt', \quad (1.111)$$

$$\sigma^d(t) = \int_0^t \frac{d\varepsilon^d}{dt'} \phi(t-t') dt', \quad (1.112)$$

то взаимосвязь между силой и углублением можно представить в виде:

$$h(t)^{3/2} = \frac{3}{8\sqrt{R}} \int_0^t \psi(t-t') \frac{d}{dt'} F(t') dt', \quad (1.113)$$

$$F(t) = \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_0^t \phi(t-t') \frac{d}{dt'} h(t')^{3/2} dt'. \quad (1.114)$$

Данный подход применим и для других геометрий взаимодействующих тел; одним из существенных условий данного метода является замена текущего значения радиуса контакта на максимальный при интегрировании давления. Этот фактор не вносит погрешности, поскольку давление вне текущей области контакта равно нулю и предполагается, что взаимодействие происходит с растущей площадью контакта.

Данная особенность исследовалась в работах [66–68], а также описана в [10]. Они пришли к выводу, что если в момент времени t радиус контакта равен $a(t)$ и уменьшается, а в предыдущие моменты времени вплоть до момента $t_1 < t$ увеличивался и $a(t_1) = a(t)$, то распределение контактного давления в момент времени t совпадает с распределением в момент

времени t_1 . Данное уточнение позволяет использовать уравнения (1.113) и (1.114) в случае произвольно изменяющейся со временем площади контакта.

1.10 Упругопластическое столкновение тел

Существует много моделей, посвященных описанию нагрузочной и разгрузочной кривой при инструментальном индентировании и распределению напряжений при пластической деформации изотропных и анизотропных тел. Отдельный круг задач связан с быстрым упругопластическим взаимодействием. Метод отскока используется, в том числе и для измерения твердости нехрупких материалов (твердость по Шору). При оценке динамики сталкивающихся тел, часто пользуются понятием коэффициента восстановления, связывающего скорости тел до и после их столкновения. Модель, позволяющую связать данный коэффициент с пределом текучести и твердостью материала, можно найти в работе [69].

Основным результатом данной работы является зависимость коэффициента восстановления $e = \frac{V_r/V_y}{V_i/V_y}$ от параметра V_i/V_y , где V_i – начальная скорость тела, врезающегося в другое тело, V_y – скорость, при которой начинается пластическая деформация, V_r – скорость тела после разлета тел. Как видно из рисунка 1.28, зависимости $e(V_i/V_y)$, полученные для разных материалов, совпадают. На графике представлены результаты для столкновения с полупространством сфер различного диаметра.

Универсальный характер данных о зависимости коэффициента восстановления от «безразмерной» скорости столкновения указывает на работоспособность предложенного подхода. Варианты ударного измерения механических свойств материалов широко распространены и реализуются, в том числе, и с использованием приборов предназначенных для инструментального индентирования. Режим многократного удара с контролем скорости подлета и отлета индентора от поверхности позволяет определять качество упрочняющих покрытий и его стойкость к разрушению [70].

Данный механизм потери скорости при отскоке алмазного индентора от поверхности исследуемого тела может быть не только значимым, но и основным в режиме грубого сканирования поверхности со значительным сдвигом резонансной частоты зонда, колеблющегося с большой амплитудой. Именно такой режим используется при картографировании приведенной твердости материалов приборами семейства «НаноСкан» [71]. В обычном режиме сканирования уровни взаимодействия острия индентора с поверхностью

обычно выбираются такими, что при касании острия и поверхности их относительная скорость оказывается меньше критической и пластическая деформация материала отсутствует.

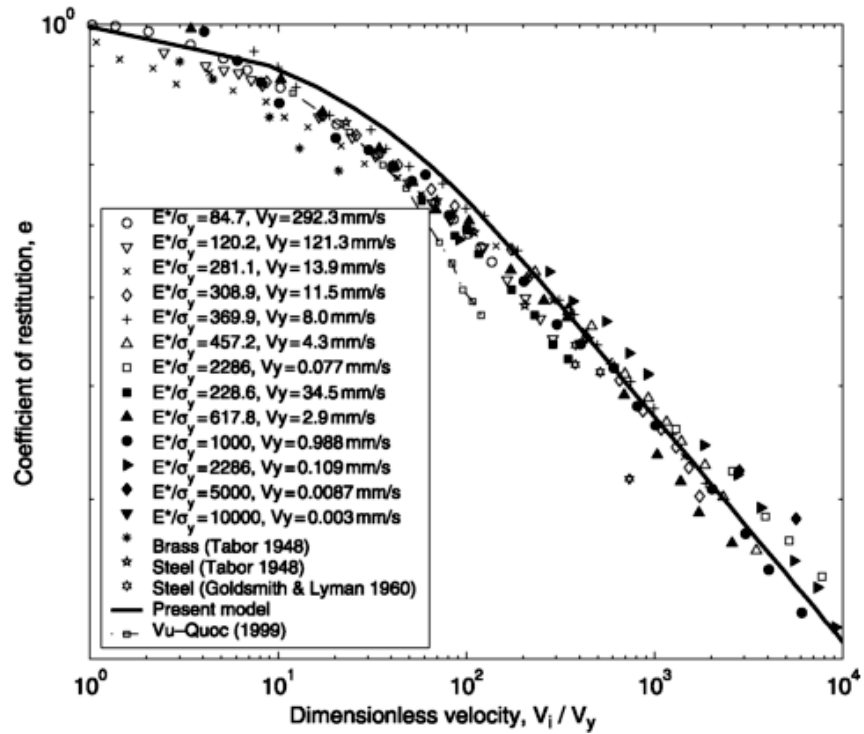


Рисунок 1.28 – Зависимость коэффициента восстановления e от V_i/V_y [69].

1.11 Сдвиг частоты колебаний зонда при его контакте с поверхностью

Анализ поведения осциллирующего зонда был неоднократно проведен для АСМ. Основные результаты можно найти, например, в [1]. Обычно зонд представляют в виде системы с сосредоточенными параметрами (массы m , жесткости k и коэффициента демпфирования γ), колебания которой возбуждаются силой $F = F_0 \cos(\omega t)$, приложенной к массе. Закон колебаний такой системы описывается уравнением:

$$mz'' + \gamma z' + kz = F_0 \cos(\omega t). \quad (1.115)$$

Решение данного линейного уравнения хорошо известно, его можно найти, например, в [1]. При контакте зонда с поверхностью в уравнение добавляется нелинейное слагаемое, описывающее взаимодействие кончика иглы с поверхностью $F(z(t), z'(t), t)$. Для чисто упругого взаимодействия данную силу можно представить в виде $F = F(z)$, тогда выражение (1.115) приобретает вид:

$$mz'' + \gamma z' + kz = F_0 \sin(\omega t) + F(z). \quad (1.116)$$

Приближенное решение данного нелинейного дифференциального уравнения можно получить несколькими способами.

Рассмотрим одну из ранних работ, анализирующую решение этого уравнения для АСМ. В работе [72] был рассмотрен случай, когда колебания зонда возбуждаются строго на резонансной частоте зонда:

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}. \quad (1.117)$$

При этом слагаемое $F_0 \sin(\omega_0 t)$ формируется положительной обратной связью, которая поддерживает заданную амплитуду колебаний зонда. Данное воздействие имеет фазовый сдвиг $\pi/2$ по отношению к перемещению зонда $x(t)$ [73]. В результате сила $F_0 \sin(\omega_0 t)$, возникающая из-за обратной связи, компенсирует вязкое слагаемое $\gamma x'$ в левой части уравнения (1.116) и уравнение приобретает вид:

$$mz'' + kz = F(z). \quad (1.118)$$

Тогда, используя подхода Гамильтона-Якоби, в приближении $|F| \ll kA$, где A – амплитуда свободных колебаний зонда, резонансная частота f зонда в контакте определяется выражением [72]:

$$f = f_0 + \Delta f, \quad (1.119)$$

где:

$$\Delta f = -\frac{f_0}{kA^2} \langle F(z) \rangle. \quad (1.120)$$

Символ $\langle \rangle$ обозначает усреднение за период колебаний: $\langle x(t) \rangle = f_0 \int_0^{1/f_0} x(t) dt$.

Предполагается, что при усреднении можно считать

$$z = A \cos(\omega_0 t). \quad (1.121)$$

Другой подход к решению уравнения (1.118) был предложен в работе [74]. Здесь решение было получено исходя из принципа наименьшего действия, представляя смещение кончика зонда $z(t)$ в виде ряда:

$$z(t) = z_0 + \sum_{n=1}^{\infty} A_n \cos(n\omega t). \quad (1.122)$$

В таком случае амплитуда n -й гармоники колебаний может быть найдена из соотношения:

$$A_n \frac{\pi}{\omega} (\omega_0^2 - n^2 \omega^2) - \frac{\omega_0^2}{k} \int_0^T F_{int}(z_0 + \sum_{l=1}^{\infty} A_n \cos(l\omega t)) \cos(n\omega t) = 0, \quad (1.123)$$

резонансная частота колебаний ω в контакте с поверхностью задается выражением:

$$\frac{\omega^2}{\omega_0^2} = 1 + \frac{k_i}{k}, \quad (1.124)$$

где, согласно модели Герца, контактная сила вычисляется по формуле:

$$k_i = -\frac{2}{\pi a_1} \int_{-1}^1 F(z_0 - a_1 + a_1(1+u)) \frac{u}{\sqrt{1-u^2}} du. \quad (1.125)$$

Как отмечено в работе [74], амплитуды колебаний A_n для $n > 1$ обычно на 2-3 порядка меньше A_1 . Пренебрегая высшими гармониками, а также рассматривая малые сдвиги частот $\Delta f = \frac{\omega - \omega_0}{2\pi} \ll \frac{\omega_0}{2\pi}$, можно показать, что уравнение (1.120) фактически задает такой же сдвиг частоты, что и уравнения (1.124), (1.125), если принять $A_1 = A$.

Следующим шагом в развитии данного подхода явилось получение зависимости сдвига резонансной частоты для конкретного вида силы $F(z)$. В работе [75] было получено выражение, согласованное с моделью Герца (1.27), для случая неглубокого контакта: $h \ll A$.

В рамках принятых в данной работе обозначений глубина проникновения h отсчитывается в направлении образца, а z координата направлена вертикально вверх: $h = \begin{cases} 0, z \geq 0 \\ -z, z \leq 0 \end{cases}$. С указанными ограничениями выражение для сдвига частоты принимает вид:

$$\Delta f = \frac{f_0}{kA^{3/2}} \frac{E^* \sqrt{R_{tip}}}{2\sqrt{2}} h^2. \quad (1.126)$$

Обозначение «tip» указывает на то, что используется радиус острия зонда. В работе [76] формула (1.120) была применена для нахождения сдвига резонансной частоты в случае взаимодействия по закону $F(z) = C/z^n$ (потенциал Леннарда-Джонса, сила Ван-дер-Ваальса, электростатические и магнитные силы), $F(z) = F_0 e^{-\kappa z}$ (потенциал Морзе), $F(h) = C \cdot h^m$ (упругие контактные силы, а также адгезионный контакт по модели DMT при $m = 0$ см. (1.34)). Первый случай относится к бесконтактному режиму сканирования, второй соответствует бесконтактному сканированию в туннельном режиме (СТМ). Для нас интересен случай контактного взаимодействия ($F(h) = C \cdot h^m$), когда формула (1.120) приводит к зависимости:

$$\Delta f = \frac{f_0}{kA^{3/2}} \frac{C |h|^{m+1/2} \Gamma(m+1)}{\sqrt{2\pi}} \left[\frac{F_{m+1.5}^{0.5,0.5}\left(\frac{h}{2A}\right)}{\Gamma(m+3/2)} + \frac{z}{2A} \frac{F_{m+2.5}^{0.5,0.5}\left(\frac{h}{2A}\right)}{\Gamma(m+5/2)} \right]. \quad (1.127)$$

Зависимости (1.120), (1.126) и (1.127) были получены разработчиком камертонных зондов QPlus [77] Franz J. Giessibl. Данный тип зонда не регистрирует среднюю силу взаимодействия острия и поверхности, поэтому формулы были выведены прежде всего для оценки сил взаимодействия [72,75] и корректной интерпретации изображений поверхности, получаемых в режиме частотно-модулированной атомно-силовой спектроскопии [76].

Проведенный обзор влияния контактного взаимодействия острия зонда с поверхностью показывает, что физических механизмов воздействия поверхности на параметры колебательной системы зонда достаточно много и для разных типов зондов основную роль могут играть различные механизмы. При дальнейшем анализе поведения пьезокерамического зонда будут учитываться те механизмы, влияние которых максимально при рабочих параметрах зонда в условиях эксперимента.

Анализ литературных источников показывает, что основные явления, наблюдающиеся в области контакта острия зонда с поверхностью, изучены и поддаются аналитическому рассмотрению. При этом определенная часть этих результатов получена группой ученых, участвовавших в разработке и совершенствовании приборов семейства «НаноСкан». Это обстоятельство существенно упростило решение одной из основных задач данной диссертационной работы, поскольку позволило провести всесторонний анализ моделей взаимодействия путем применения известных подходов к конкретным условиям работы сканирующего нанотвердомера с резонансным возбуждением чувствительного зонда и контролем амплитуды и частоты этих колебаний.

Приборы семейства «НаноСкан» в наиболее полной мере реализуют возможности гибридных резонансных зондов по части разделения факторов, влияющих на амплитуду и частоту такого зонда. Это оказывается возможным благодаря использованию автогенераторной схемы возбуждения колебаний пьезорезонансного камертонного зонда и гибкому цифровому управлению параметрами тракта самовозбуждения. При этом наличие независимых измерительных каналов, дающих информацию о среднем значении силы взаимодействия индентора с поверхностью и электрическом токе, протекающем через область контакта, позволяет существенно расширить метрологические возможности сканирующих нанотвердомеров.

Глава 2 Основные подходы к конструированию сканирующих нанотвердомеров

Приборы семейства «НаноСкан» являются сканирующими нанотвердомерами и в этом плане представляют из себя некий симбиоз атомносилового микроскопа и наноиндентора. Краткое описание принципов СЗМ и базовых элементов их конструкции было дано в 1 главе данной диссертации. В этом разделе будет дан краткий обзор конструктивных особенностей современных наноинденторов.

Сегодня в мире производится целая линейка нанотвердомеров, существенно отличающихся по цене и набору реализуемых методик измерения. При этом все они поддерживают режим инструментального индентирования в соответствии с требованиями ISO14577-1:2002 и ГОСТ Р 8.748-2011. Наиболее полный набор функциональных возможностей реализован в таких приборах как Hysitron и Agilent. По общему числу оригинальных методик измерения лидируют приборы семейства «НаноСкан». Данная особенность этих приборов обусловлена гибкостью используемого программного обеспечения и значительным опытом адаптаций приборов под требования заказчика.

Ряд твердомеров поддерживает не только методики, связанные с инструментальным индентированием, но и трибологические измерения, а также методы склерометрии. В рамках проводимого исследования наибольший интерес представляет динамическое индентирование, когда на монотонное внедрение индентора в поверхность накладывается осциллирующая гармоническая составляющая. Большинство промышленных наноинденторов предназначено для точечного измерения твердости и модуля Юнга.

Картографирование механических свойств обычно осуществляется путем множественных уколов, а сканирование поверхности осуществляется только для контроля формы оставленного при индентировании отпечатка. Рассмотрение конструкций нанотвердомеров будет проводиться с целью выяснения возможности картографирования механических свойств материала в процессе сканирования формы его поверхности. Понятно, что при всех подобных измерениях опираются на модельные представления о форме кончика индентора и проводят калибровку измерительной системы и методики на тестовом материале с хорошо известными механическими свойствами. Как правило, в качестве таких материалов используются плавленый кварц, ПММА и сапфир.

2.1 Описание элементов конструкции приборов

В приборе, реализующем измерение твердости методом наноиндентирования, должен быть элемент, позволяющий приложить усилие к образцу (актюатор), и датчик перемещения, позволяющий получить информацию о смещении зонда относительно образца (сенсор). Достаточно часто в состав наноиндентора входит датчик силы, выполняющий роль измерителя нагрузки. В этом случае актюатор, используемый для нагружения, может быть откалиброван не в единицах силы, а в единицах смещения или вообще быть элементом с произвольной нагрузочной характеристикой.

Наиболее распространенным способом задания силы является электромагнитный привод (рис. 2.1а). В этом случае сила, приложенная к подвижной системе, оказывается пропорциональна силе тока, длине обмотки и индукции магнитного поля в рабочем зазоре. Такой принцип нагружения реализован в приборах Keysight G200 (США, до осени 2014 года являлся продуктом компании Agilent), основном измерительном модуле прибора «НаноСкан 4D» и линейке приборов Instrumented Indentation Tester, выпускаемых фирмой Anton Paar. Аналогичный принцип используется в приборах, выпускаемых молодой фирмой, организованной Оливером, одним из отцов метода инструментального индентирования [78], эти приборы активно продаются крупным дистрибьютором нанооборудования [79]. Принципиальная схема данного метода нагружения и емкостного способа измерения перемещения индентора представлена на рисунк 2.1б.

Принцип работы данного актюатора состоит в следующем: катушка, закрепленная на штоке, помещается в радиальное поле B постоянного магнита, при протекании электрического тока I по катушке возникает сила, направленная вдоль штока, $F = NBIl$, где N – количество витков в катушке, l – длина провода, приходящаяся на один виток. В такой конструкции для приложения силы к системе подвеса необходимо подать ток определенной величины в катушку. Данный способ приложения силы позволяет задавать большие нагрузки (до нескольких Ньютонов), однако это требует достаточно большой величины тока, что приводит к нагреву катушки и термодрейфу, вызванному температурным расширением элементов конструкции. Для уменьшения этих эффектов используются магниты из редкоземельных элементов и соединения неодим-железо-бор, создающие в рабочем зазоре поле с магнитной индукцией более 1 Тл, и обмотки из толстого медного провода.

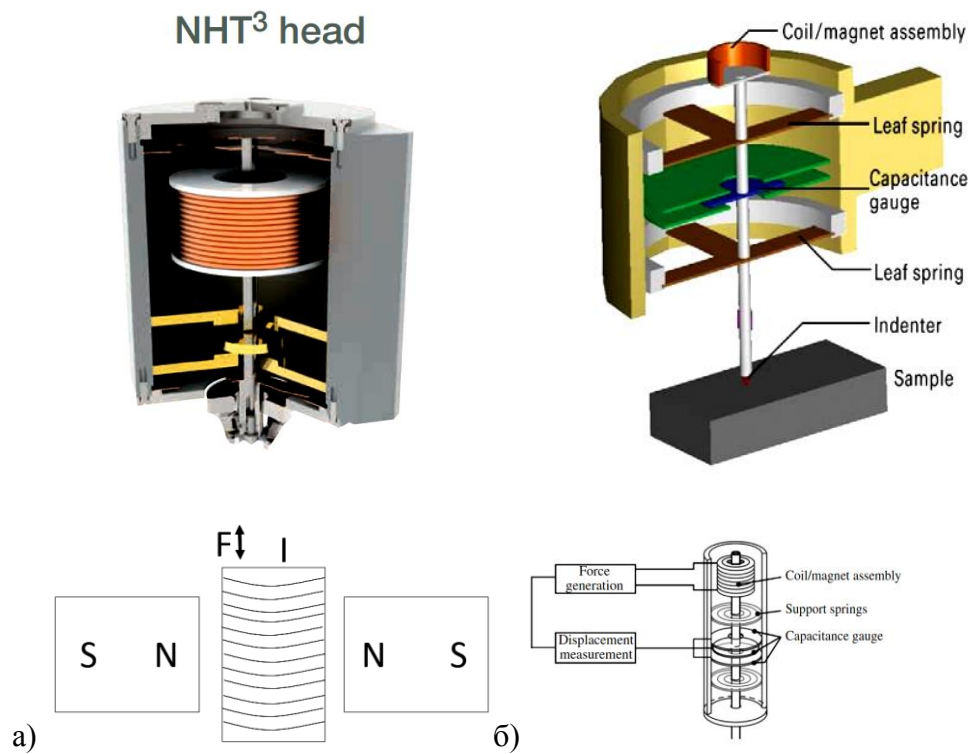


Рисунок 2.1 – а) Схема преобразователя б) Устройство прибора Keysight (Agilent) G200 [80,81].

В паре с таким актюатором обычно используются емкостные сенсоры для регистрации смещения. В приборе Keysight G200 для этих целей используется емкостной датчик дифференциальной конструкции.

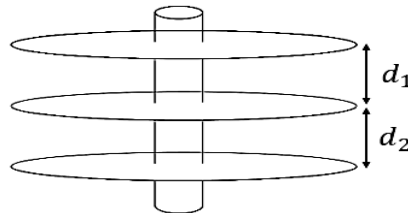


Рисунок 2.2 – Дифференциальный конденсатор, используемый для регистрации смещения.

Принцип работы такого датчика основан на изменении емкости конденсаторов, образующих измерительную систему. Простейшая электрическая схема, работающая с данным дифференциальным элементом, обычно измеряет разницу емкостей $\Delta C = C_2 - C_1$ между двумя рабочими конденсаторами. При этом связь между выходным сигналом и смещением средней обкладки оказывается нелинейной. Так, если $d_1 = d_0 - \Delta d$, $d_2 = d_0 + \Delta d$ и A – площадь пластин конденсатора, то $\Delta C = \frac{\epsilon \epsilon_0 A}{d_0 - \Delta d} - \frac{\epsilon \epsilon_0 A}{d_0 + \Delta d} \approx 2 \frac{\epsilon \epsilon_0 A}{d} \left(\frac{\Delta}{d} + \frac{\Delta^3}{d^3} \right)$. Для малых перемещений $\Delta \ll d$

кубическим слагаемым $\frac{\Delta^3}{d^3}$ пренебрегают и по изменению емкости судят о смещении штока, поскольку $\Delta C \sim \Delta$. Однако, достаточно часто такой датчик работает в режиме больших перемещений и используются более сложные схемы с обратными связями, линеаризующими его передаточную характеристику. Данный способ регистрации сигнала смещения относится к высокоточным и линейным. В приборах семейства «НаноСкан 4D» дифференциальный емкостной датчик работает в диапазоне перемещений ± 500 мкм с общей нелинейностью менее 0,1% и уровнем минимально регистрируемого сигнала в полосе 100 Гц – 0,1 нм. Естественно, такой большой динамический диапазон измеряемых смещений реализуется с переключением режимов работы схемы регистрации и включением масштабирующих усилителей, согласующих диапазон выходных сигналов с диапазоном входных напряжений используемых АЦП [82].

Такой дифференциальный конденсатор может использоваться не только в качестве датчика, но и в качестве электростатического актюатора. Именно так устроен используемый компанией Hysitron (США) модуль для наноиндентирования (рис. 2.3а) [83].

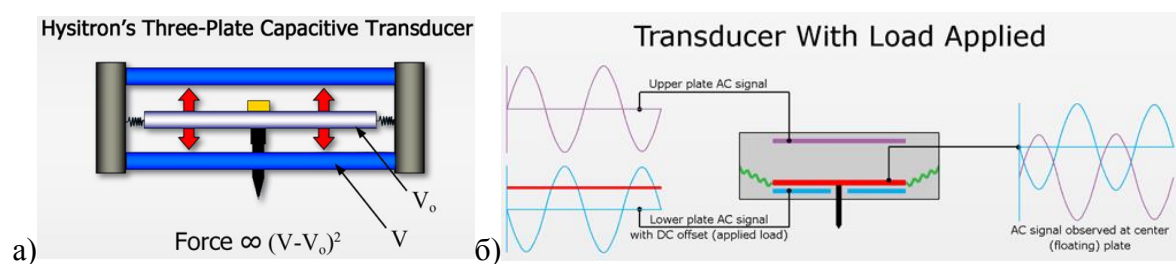


Рисунок 2.3 – а) Схема задания силы б) Схема регистрации смещения [83].

Принцип работы подобного актюатора основан на законах электростатики и усилие, необходимое для индентирования задается путем прикладывания постоянного напряжения между активными обкладками. Подавая напряжение на нижнюю пластину опускают индентор, подавая на верхнюю поднимают. Рабочие напряжения в приборах Hysitron достигают 600 В, а усилия на инденторе нескольких десятков мН. Столь скромная величина рабочих усилий обусловлена малой величиной пондемоторных сил, действующих на подвижную обкладку. Сила притяжения обкладок плоского конденсатора задается соотношением $F = \frac{\varepsilon\varepsilon_0 A}{2d^2} (V - V_0)^2$, где $(V - V_0)$ разность напряжений между обкладками. Основным преимуществом такого подхода в сравнении с электромагнитным методом является отсутствие тепловыделения в актюаторе. Однако, при этом существенно ограничивается максимально достижимое значение прикладываемой силы. Особенностью электростатической системы нагружения является нелинейный характер зависимости силы от приложенного напряжения и зависимость силы от

текущего зазора в рабочем конденсаторе. Использование микропроцессорных систем обработки и формирования сигналов позволяет устранить указанные нелинейности и фирма Nysitron достаточно устойчиво удерживает лидирующие позиции в области наноиндентирования с минимальными нагрузками.

Данная конструкция актюатора позволяет использовать его в качестве датчика перемещения. Для этого вместе с постоянным напряжением к внешним пластинам дифференциального конденсатора прикладывают противофазные синусоидальные сигналы с частотой 50 кГц, а по напряжению на центральной пластине судят о положении индентора.

Другим распространенным типом датчика, применяемым для измерения перемещения, является LVDT сенсор (линейный дифференциальный трансформатор с переменным коэффициентом передачи). Принцип работы данного устройства [84] и схематические решения, используемые для снятия информации подобны тем, что используются в емкостных дифференциальных схемах. Только в данном случае вместо конденсаторов работают катушки с противофазно наводимым напряжением. Схематичное изображение данного датчика представлено на рисунке 2.4, словом ядро здесь назван подвижный ферромагнитный сердечник.

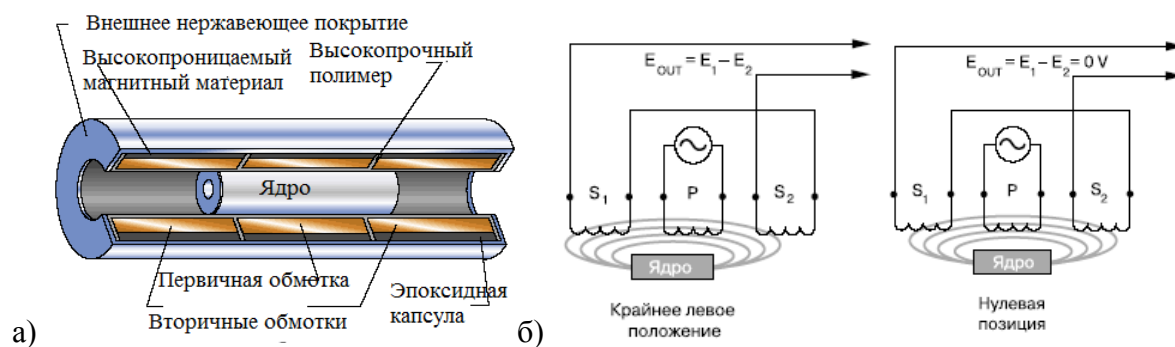


Рисунок 2.4 – LVDT сенсор: а) схема конструкции б) принцип работы [84].

Рабочим сенсора является подвижный сердечник, выполненный из магнитомягкого материала с высокой магнитной проницаемостью. На первичную обмотку подается переменный ток, вторичные обмотки используются для регистрации наводимой в них ЭДС E_{out} , (рис. 2.5б). В некотором диапазоне перемещения сердечника зависимость E_{out} от смещения оказывается линейной (рис. 2.5а). Для определения направления движения используют традиционный метод синхронного детектирования сигнала (рис. 2.5в).

LVDT сенсоры используются в приборах IBIS Nanoindentation System (Fisher Cripps laboratories, Австралия) для регистрации силы (Force LVDT) и смещения (Depth LVDT).

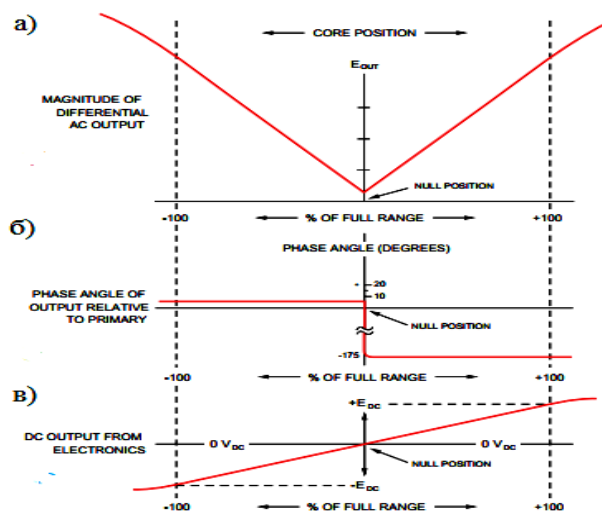


Рисунок 2.5 – а) Зависимость E_{out} от смещения ядра б) фаза выходного сигнала в) выходной сигнал из электроники с учетом фазы.

При измерении силы регистрируется перемещение штока силовой ячейки, которое пересчитывается в силу с учетом жесткости силовой ячейки. Для определения глубины погружения индентора в материал регистрируется абсолютное смещение штока по отношению к раме (рис. 2.6).

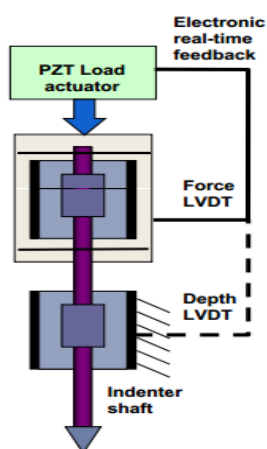


Рисунок 2.6 – Система регистрации силы и смещения в приборах IBIS.

Элементом, задающим смещение силовой ячейки в приборах IBIS, является пьезокерамика (актюатор на основе цирконата-титаната свинца, PZT Load actuator). Перемещая корпус ячейки, пьезокерамический актюатор осуществляет подвод индентора к поверхности и снятие зависимости нагрузка-глубина погружения. При этом и сила и смещение измеряются в ходе инструментального индентирования.

В качестве устройств, регистрирующих силу, могут использоваться и тензорезистивные датчики. Принцип действия таких сенсоров, активно используемых в современных

электронных весах, основан на тензорезистивном эффекте. При удлинении или сжатии токопроводящего элемента происходит изменение его сопротивления: $\frac{dR}{R} = S\varepsilon$. Здесь ε – относительное растяжение, S – тензорезистивный коэффициент, R и dR – сопротивление и его изменение. Подобные датчики обычно используют совместно с чувствительными упругими элементами для измерения усилий $\approx 0,1$ мН. Такие датчики планирует использовать в качестве регистрирующего узла производитель наноинденторов Nanovea [85].

Актюаторы на основе обратного пьезоэлектрического эффекта использует Anton Paar и Hysitron в своих инденторах, рассчитанных на максимальные нагрузки индентирования ≥ 1 Н. Пьезопозиционеры используются для задания перемещения в линейных трансляторах и сканирующих элементах (XYZ scanning stage) атомно-силовых микроскопов. Данные устройства позволяют задавать перемещения и контролировать их с помощью встроенных емкостных датчиков и электрических обратных связей. Электроника измеряет смещение, фиксируемое емкостным сенсором, расположенным в сканирующем элементе, и регулирует высокое напряжение, подаваемое на пьезокерамику для задания нужного смещения. Типичная величина используемого в XYZ позиционерах напряжения не превышает 200 В, обычно управляющее напряжение изменяется в интервале -20 В – +150 В.

В России достаточно хорошо известны приборы семейства «НаноСкан», использующие комбинированную схему нагружения и измерения перемещения. Изображение зондового узла и пояснения к принципу его работы представлены на рисунке 2.7. Глубина погружения индентора в поверхность материала в этом измерительном узле происходит путем вычитания из смещения пьезокерамического стола величины прогиба кончика индентора.

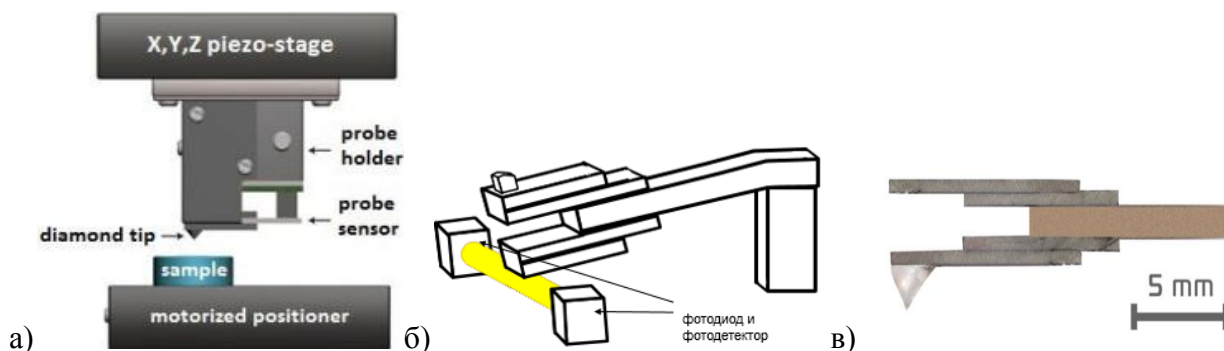


Рисунок 2.7 – Схематическое изображение узла индентирования и сканирования (а), способа регистрации силы прижима гибридного резонансного зонда камертонной конструкции с помощью оптического щелевого датчика (б) и внешний вид одной из модификаций зонда прибора «НаноСкан» с трехкординатным пьезокерамическим позиционером.

Чувствительным элементом этих приборов является пьезорезонансный зонд, работающий в колебательном и квазистатическом режиме. Его движение перпендикулярно и вдоль поверхности образца осуществляется пьезокерамическим сканером (X,Y, Z piezo stage). Зонд выполнен в форме камертона, веточки которого представляют собой пьезокерамические биморфные пластины. В процессе индентирования зонд изгибается и это позволяет регистрировать силу прижима алмазного острия к поверхности материала. В качестве центральной ножки используется металлическая балка, изгибная жесткость которой существенно меньше изгибной жесткости пьезокерамических ветвей камертона. Изгиб зонда регистрируется оптическим датчиком по изменению светового потока, проходящего через щель, образованную одной из веточек камертона и держателем зонда. Сила взаимодействия рассчитывается как $F = k \cdot \Delta x$, где Δx – изгиб зонда, k – его жесткость.

2.2 Конструктивные особенности зондовых датчиков СЗМ «НаноСкан»

Сканирующие нанотвердомеры «НаноСкан» построены по модульному принципу и состоят из отдельных узлов, обеспечивающих перемещение индентора и измерение силы. Система нанопозиционирования и нагружения основывается на трехкоординатном пьезокерамическом столе с диапазоном перемещения в плоскости сканирования 100-200 мкм и перемещением 10-20 мкм в направлении высоты рельефа и глубины индентирования [86–89]. Основным чувствительным элементом приборов «НаноСкан» является пьезокерамический зонд: измеряя его изгиб, определяют усилие прижима, следя за частотой и амплитудой резонансных колебаний, осуществляют сканирование поверхности. За годы развития приборов «НаноСкан» было разработано несколько вариантов компоновки измерительной системы и конструкций зондов [90–99], способных работать как в статическом [100], так и автоколебательном режиме. Кроме того были предложены наконечники из проводящего алмаза [101] и сверхтвердого фуллерита [102–105], а также на основе камертонной конструкции зонда был реализован режим ближнепольной оптической микроскопии, проведены исследования эффекта полного внутреннего отражения [106,107]. Возможности СЗМ «НаноСкан» позволили провести исследования механических свойств слоев вертикально стоящих углеродных нанотрубок, выращенных на кремневой подложке [108], измерять свойства достаточно твердых материалов [109,110] и проводить характеризацию биологических образцов [111].

В патенте RU 2108561 C1 (опубликован в 1998 году [112]) была описана исходная конструкция зонда, представляющего одиночный пьезокерамический биморфный элемент,

закрепленный в держателе (рисунок 2.8 а). В том же патенте описывался вариант исполнения зонда в виде двух биморфных элементов, образующих камертонный резонатор (рисунок 2.8 б).

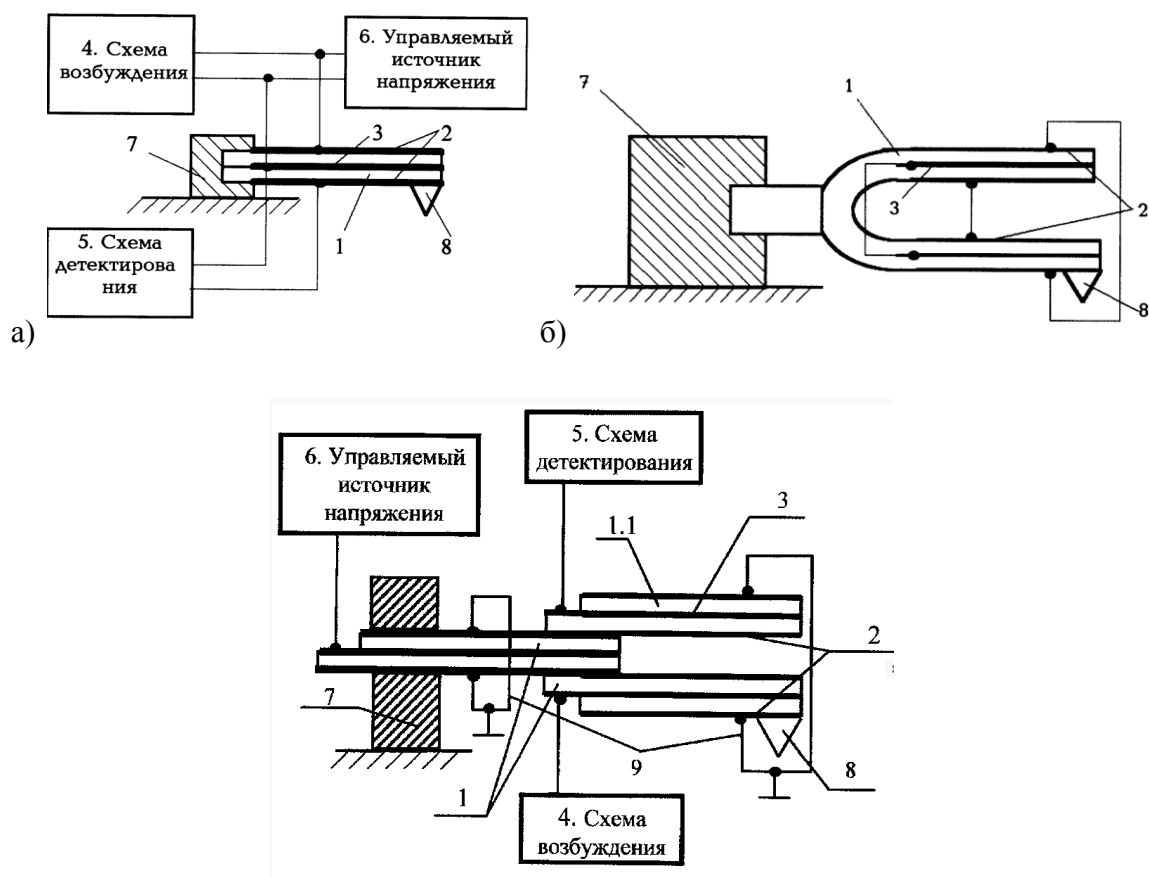


Рисунок 2.8 – Варианты исполнения зонда и схема включения в автогенераторную цепь согласно патенту RU 2108561 [112].

Центральный электрод биморфного зонда (обозначен цифрой 3 на рисунке 2.8б) предлагалось заземлять, при этом на верхний электрод подается напряжение из автогенераторного тракта (выход из «Схемы возбуждения», обозначенной цифрой 4 на рисунке 2.8а), с нижнего электрода происходит снятие напряжения и подача его в автогенераторный тракт, где происходит усиление, ограничение и фильтрация входного сигнала перед его подачей в качестве возбуждающего на зонд. Также в электронном тракте происходит измерение амплитуды и частоты генерируемого сигнала («схема детектирования», обозначена цифрой 5).

В ходе развития конструкции зонда центральная ножка камертонной конструкции стала изготавливаться из пьезокерамического материала, на нее подавалось высокое напряжение, позволяющее производить изгиб всей камертонной конструкции, патент RU 2425356 (заявка была подана в 2009 году, патент опубликован в 2011 году [96]). Данная конструкция в

дальнейшем была усовершенствована: центральная ножка стала металлической и был добавлен оптический датчик изгиба (патент RU 2442131 [97], опубликован в 2012 году). В рамках данного улучшения, а также с добавлением пьезокерамического трехкоординатного сканера, позволяющего перемещать зонд контролируемым образом, стало возможным проводить измерения твердости и модуля Юнга материала методом инструментального индентирования. Изображение такой конструкции зонда представлено на рисунке 2.9.

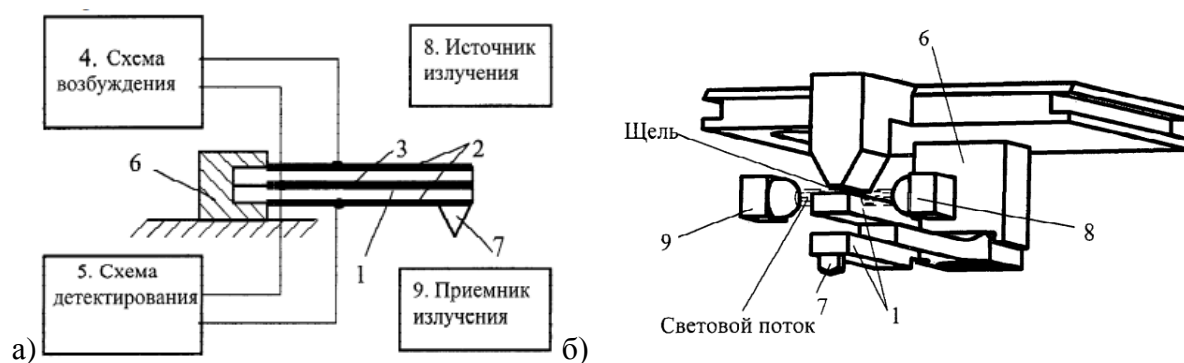


Рисунок 2.9 – Схема включения зонда в автогенераторную цепь (а) и его конструкция (б) согласно патенту RU 2442131 [97].

Также был разработан чисто металлический П-образный зондовый датчик (RU 2510009 [91], опубликован 20.03.2014), обладающий рядом отличительных особенностей. Данное устройство позволяет измерять как нормальную, так и тангенциальную составляющую силы, возникающей при контакте индентора с образцом. Схематическое изображение данного зонда приведено на рисунке 2.10. Это устройство было успешно опробовано в лабораторных условиях. Зонд такой конструкции позволяет проводить трибологические и склерометрические испытания с контролем как нормальной, так и тангенциальной составляющей силы взаимодействия. Такой тип датчика может быть использован и в составе автогенераторной схемы возбуждения, результаты испытания представлены в [113]. В этом случае сигнал обратной связи подается на пьезокерамический элемент, расположенный в основании датчика, и снимается с щелевого оптического датчика перемещений. Не смотря на его существенное отличие от пьезорезонансного зонда, к нему применимы все результаты, приведенные в данной диссертационной работе. Метод внешнего возбуждения резонансных колебаний так же используется в модуле для инструментального индентирования, входящем в состав прибора «НаноСкан-4D» и новых разработках, описанных в [114].

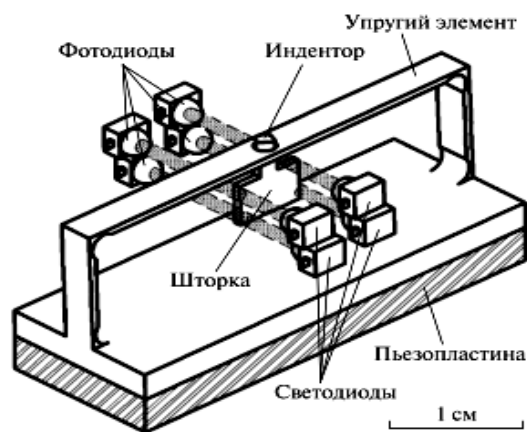


Рисунок 2.10 – Комбинированная конструкция зонда с двумя рабочими степенями свободы [113].

Описание конструкции различных типов зондов, используемых в приборах семейства «НаноСкан», приведено в данном разделе исходя из логики описания современного состояния приборостроения в области наноиндентирования. С точки зрения вклада соискателя в развитие данной отрасли производства, представленные результаты являются оригинальными и полученными при непосредственном участии автора диссертации, что подтверждается соответствующими заявками на изобретения и публикациями в реферируемых журналах.

2.3 Динамические методы измерений

Практически все нанотвердомеры и наноинденторы поддерживают методики измерения различных механических и электрических свойств образцов: начиная от специальных методов характеристики определенного типа объектов (например, полимерных капсул) [115], и заканчивая общими методами измерения конкретных физических величин гомогенных и гетерогенных материалов (например, твердость и модуль Юнга) [116,117]. Наибольший интерес в контексте использования резонансных зондов представляют методы измерения, в которых зонд совершает колебательное движение. Совместный анализ информации о подаваемом переменном воздействии и регистрируемом отклике позволяет получать дополнительную информацию о свойствах образца и их зависимость от частоты воздействия и глубины погружения индентора. Работая с осциллирующим индентором, можно осуществлять мягкий контакт острия с поверхностью и, контролируя параметры колебательной системы в контакте с

поверхностью, управлять положением зонда во время сканирования. Именно такие методы, которые часто называют динамическими, описаны в данном разделе.

2.3.1 Непрерывное измерение жесткости

Этот метод связан с динамическим измерением жесткости системы зонд + поверхность в процессе погружения индентора в образец. В наноинденторах Keysight G200 этот метод называется: continuous stiffness measurements (CSM). В приборах Hysitron этот метод имеет другое название: dynamic measurements analysis (DMA). В «НаноСкан-4D» такие измерения называются: динамическое измерение жесткости. Рассмотрим принципы, лежащие в основе таких измерений, опираясь на приборную реализацию метода CSM, функционально совпадающую с динамическим измерением жесткости.

При анализе колебательной системы [118], индентирующая головка представляется в виде набора грузиков, пружинок и демпфирующих элементов, рисунке 2.11 (конструкция головки изображена на рис 2.1).

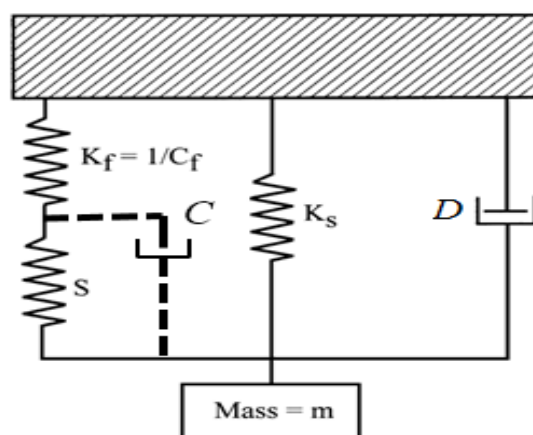


Рисунок 2.11 – Модельное представление индентирующей головки Keysight (Agilent) G200 в контакте с образцом. Изображение из работы [118] модифицировано с учетом вязких потерь в области взаимодействия острия и образца [119]), соответствующий элемент изображен пунктиром.

В этой модели пружина с жесткостью K_s является модельным представлением упругого элемента (подвеса), на котором закреплен шток индентора (элемент «Support Springs» на рис. 2.1). Символом m обозначена суммарная масса штока с индентором, которая включает массу подвижной обкладки дифференциального конденсатора и части упругого элемента,

участвующей в движении. Символом D обозначен коэффициент демпфирования (коэффициент вязкого трения, связывающий силу и скорость), обеспечивающий колебательной системе «упругий элемент – массивный шток» конечную добротность. В работе [118] наличие демпфирования было объяснено растеканием воздуха между пластинами конденсатора, измеряющего перемещения. Однако существует множество других причин, приводящих к потерям энергии в колебательной системе. Поэтому величину D можно рассматривать как некоторый эмпирический коэффициент, характеризующий все присутствующие в системе потери, включая электромагнитное демпфирование, присущее используемому актюатору. Символом K_f обозначена жесткость рамы, на которой закреплена индентирующая головка и располагается образец, его значение обычно на несколько порядков ($\sim 10^3$) больше жесткости подвеса K_s . Символом S обозначена контактная жесткость образца. В работе [118] вязкие свойства материала не учитывались, однако метод CSM позволяет их измерять. В соответствии с [119], в схему введен дополнительный элемент с коэффициентом демпфирования C , описывающий вязкие потери в образце (на рисунке обозначен пунктиром).

Пренебрегая податливостью системы крепления образца для данной модели можно написать уравнение:

$$m\ddot{h} + (D + C)\dot{h} + (K_s + S)h = F(t). \quad (2.1)$$

Возбуждающее колебания воздействие имеет вид: $F(t) = F_0 \sin(\omega t)$. Решение данного дифференциального уравнения представляют в виде: $h = h_0 \sin(\omega t + \varphi)$, и получают следующие уравнения для измеряемых величин:

$$\frac{h_0}{F_0} = \frac{1}{\sqrt{(S + K_s - m\omega^2)^2 + \omega^2(C + D)^2}}, \quad (2.2)$$

$$\varphi = \arctan \frac{(C + D)\omega}{K_s + S - m\omega^2}. \quad (2.3)$$

Таким образом, при известной силе F_0 , измеренной разности фаз φ между сигналами силы и смещении h_0 , а так же наличии информации о значениях D , K_s и m , возможно вычисление жесткости контакта S и коэффициента демпфирования, вызванного взаимодействием с образцом C . Следуя работе [119] в случае, когда $S \ll K_s$ и $C \ll D$:

$$S = \frac{F_0}{h_0} \cos(\varphi) + m\omega^2 - K_s, \quad (2.4)$$

$$\tan \varphi = \frac{D\omega}{K_s + S - m\omega^2}. \quad (2.5)$$

При таких измерениях полученные данные обычно интерпретируют в терминах действительной и мнимой части модуля упругости материала и вычленяют модуль упругости E' и модуль потерь E'' по формулам:

$$E' = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}}, \quad (2.6)$$

$$E'' = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{C\omega}{\sqrt{A}}, \quad (2.7)$$

где A – значение функции формы площади индентора, соответствующее контактной глубине h_c . Описание аналогичного метода измерений, фигурирующего в приборах Hysitron под названием DMA, можно найти в работе [120]. Получаемые при таких измерениях значения модуля упругости хорошо соответствуют реальному значению данного модуля, измеряемому методом инструментального индентирования. Данные по модулю потерь допускают корректную интерпретацию только для материалов с высоким значением внутренней вязкости. Для обычных твердых материалов измеряемое описанным методом комплексная часть модуля Юнга оказывается существенно выше своего реального значения, измеряемого по затуханию звуковых волн или резонансных колебаний упругих элементов. Это обстоятельство имеет вполне логичное объяснение, связанное с тем, что потери в области пластического контакта индентора с материалом, естественно, не сводятся только к потерям из-за не идеальности упругих свойств материала.

2.3.2 Картографирование механических свойств поверхности.

Функция сканирования формы поверхности присутствует во многих наноинденторах в качестве специальной опции. В большинстве случаев реализуется режим контактного сканирования с усилием прижима на уровне единиц или долей мкН. Это существенно больше, чем характерные для СЗМ единицы и десятки нН. Однако, с учетом типичного радиуса кривизны кончика алмазного индентора (30-100) нм такое сканирование для большинства твердых материалов будет неразрушающим и в этом плане сканирующий наноиндентор во многом похож на обычный АСМ. Модельные описания процессов, происходящих при сканировании, оказываются достаточно схожими, а многие методические подходы совпадают. Картографирование механических свойств АСМ в процессе сканирования достаточно популярно и представляется целесообразным провести рассмотрение используемых подходов. В АСМ наиболее развиты методики, позволяющие получить карту модуля упругости. Для

измерения твердости используемые кантилеверы и острия, как правило, оказываются слишком мягкими, по крайней мере, для сверхтвердых материалов.

Одними из наиболее разработанных являются режимы измерения HarmoniX [121,122] и PeakForce QNM [123], реализованные в АСМ Brucker. В режиме HarmoniX сканирование поверхности производится Т-образными зондами с рабочим острием, находящимся на краю верхней перекладки, сила взаимодействия зонда с образцом восстанавливается по спектру торсионных колебаний кантилевера. PeakForce QNM является новой методикой, при которой записывается и обрабатывается непосредственно кривая сила-перемещение, полученная в процессе каждого удара зонда в образец. Для получения модуля упругости обе методики используют модель адгезионно-упруго взаимодействия, следуя походу DMT (см. уравнение (1.37)). К недостаткам этой методики можно отнести тот факт, что для достаточно острых зондов и мягких материалов наблюдается пластическая деформация образца, которая не учитывается моделью и искажает результаты измерений [124].

Силы, возникающие при сканировании поверхности наноиндентором, обычно на порядок больше сил, возникающих при сканировании поверхности с помощью АСМ, а типичные радиусы кривизны алмазных инденторов (30-100) нм на порядок больше, чем у зондов АСМ (<10нм). Данные обстоятельства позволяют рассматривать взаимодействие между иглой индентора и образцом как чисто упругое. Поэтому взаимодействия по модели Герца (см. уравнение (1.27)) используется для получения карт модуля упругости в приборах Hysitron [125]. Глубина контактного погружения при сканировании неизвестна, поэтому применяется подход, основанный на непрерывном измерении контактной жесткости: приложенная сила модулируется по синусоидальному закону. По измеренным переменным составляющим: амплитудам силы F_0 и смещения h_0 вычисляется контактная жесткость S (см. формулу (2.4)), а затем мнимая и действительная части модуля упругости (формулы (2.6) и (2.7)). Здесь следует отметить, что данные соотношения ((2.6) и (2.7)) полученные из модели Герца, представляют зависимость (1.70) и соответствуют контактной жесткости при взаимодействии плоского образца с телом в форме параболоида вращения, никакого индентирования не предполагается. Площадь A в этом случае не имеет смысла площади остаточного отпечатка и не соответствует площади сечения иглы на расстоянии h_c от ее кончика, а вычисляется исходя радиуса контакта a , ($A = \pi a^2$), который находится по модели Герца:

$$a = \left(\frac{3FR}{4E^*} \right)^{1/3}. \quad (2.8)$$

Таким образом, регистрируя при сканировании статическую силу прижима и контактную жесткость F_0/h_0 и пересчитывая их значения по модели Герца, получаем карту модуля упругости E^* . Учитывая сдвиг фаз между силой и смещением, можно разделить вычисленное значение модуля Юнга на синфазную и квадратурную компоненты, интерпретируемые зарубежными разработчиками как модуль упругости E' и модуль потерь E'' .

Аналогичный метод картографирования реализован в приборе G200 Keysight [126]. В этой работе постулируется практически невыполнимое условие чисто упругого контактного взаимодействия. Даже для достаточно тупой иглы с радиусом кривизны кончика 500 нм для работы в чисто упругом режиме сила взаимодействия не должна превышать долей мкН для материалов с твердостью ниже единиц ГПа. При этом для правильной интерпретации данных должно соблюдаться условие гладкости поверхности: локальная кривизна образца должна быть намного меньше кривизны острия зонда. Тем не менее, эта методика, примененная к сканированию твердых волокон в полимерной матрице, привела к адекватным значениям модуля упругости, по крайней мере, для волокон. Это обстоятельство указывает на ее применимость даже в тех случаях, когда в области контакта присутствует незначительная пластическая деформация, но он остается в основном упругим.

2.4 Измерение твердости методом ультразвукового контактного импеданса

Существует отдельный класс приборов, позволяющих проводить контроль твердости материала путем измерения ультразвукового контактного импеданса.

Сути данного метода станет понятна, если рассмотреть конструкцию прибора такого типа (приведено на рисунке 2.12). В состав данного прибора обычно входит пьезоэлемент (piezo transducer), возбуждающий колебания штока и элемент, регистрирующий колебания (piezo receiver), а также система крепления штока в узлах скорости его продольных колебаний. При контакте острия штока с образцом происходит изменение частоты его резонансных колебаний.

Как было показано в работе [128] при фиксированном модуле упругости материала твердость исследуемого образца H будет пропорциональна приложенной силе F и обратно пропорциональна сдвигу резонансной частоты Δf :

$$H \sim K_{im} \frac{F}{\Delta f^2}. \quad (2.9)$$

Коэффициент пропорциональности K_{im} зависит от геометрических размеров штока, его модуля упругости, а также от формы и свойств острия индентора.

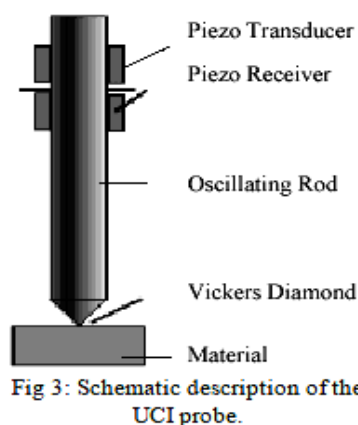


Рисунок 2.12 – Устройство, позволяющее проводить измерения твердости методом ультразвукового импеданса [127].

В условиях реальных измерений твердости образца учитывают нелинейный характер зависимости твердости от сдвига частоты и измерения проводят по калибровочной кривой. При этом для материалов с различными значениями модуля упругости необходимо использовать разные калибровочные кривые. Примеры подобных кривых приведены на рисунке 2.13.

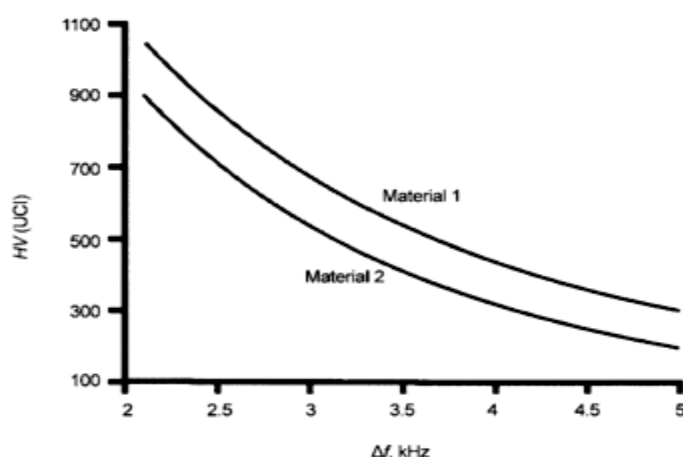


Рисунок 2.13 – Зависимость твердости (в единицах HV) от сдвига резонансной частоты колебаний [129].

Стоит отметить, что соотношение (2.8), полученное в серии работ [128,130,131], было выведено исходя из формулы (1.70), причем ее вывод проводился для случаев взаимодействия двух тел в форме параболоидов вращения (формула Герца (1.1)) и случая взаимодействия конуса с плоскостью (формула (1.7)). Как было написано ранее (см. раздел 1.5) верность такого подхода для тел произвольной формы доказали в 1992 году [9] и обосновали применимость для случая разгрузки из области пластической деформации в работе [34].

Таким образом, работа устройств, производящих измерение твердости методом ультразвукового контактного импеданса, в конечном итоге основана на базовом соотношении метода инструментального индентирования (1.70).

К преимуществам данных устройств можно отнести простоту их изготовления и применения. Они имеют минимальную цену среди приборных твердомеров и широко используются в условиях реального промышленного производства. Основным недостатком является необходимость априорной информации о модуле упругости тестируемого материала. Поэтому эти приборы, как правило, используются при разбраковке изделий из какого-то одного материала с неизменным значением модуля Юнга, но отличающихся по твердости из-за термической или механической обработки.

Проведенный обзор показывает, что при всем разнообразии конструкций наноинденторов им свойственны общие черты: наличие силозадающего элемента (актюатора), измерителя перемещений (сенсора) и индентора, являющегося частью колебательной системы с известными значениями резонансной частоты и добротности. Большинство наноинденторов имеет возможность резонансного возбуждения колебаний индентора и контроля постоянных и переменных составляющих силы и перемещения, поэтому результаты проведенного в данной диссертационной работе анализа применимы к широкому классу приборов, а не только к приборам семейства «НаноСкан» с гибридными пьезорезонансными датчиками.

Исходя из конструктивных особенностей базовой модели сканирующего нанотвердомера, можно выделить следующие задачи, требующие рассмотрения в плане создания основ для использования резонансных зондов: анализ электромеханических и упругих характеристик пьезорезонансного зонда камертонной конструкции, рассмотрение работы автогенераторной схемы возбуждения колебаний зонда и оценка свойственных такому методу фундаментальных шумов, учет влияния сил, возникающих в области контакта алмазного острия зонда с исследуемым материалом на частоту и амплитуду автоколебаний, оценка влияния слоя вязкой жидкости, находящегося на поверхности материала, на демпфирование резонансных колебаний зонда, создание физических моделей, позволяющих измерять механические и электрические свойства наноструктурированных материалов и покрытий методом кривых подвода и во время сканирования формы поверхности образца.

Глава 3 Анализ автогенераторного тракта и принципов измерения параметров колебаний зонда в приборах «НаноСкан»

Существует много способов использования резонансного зонда для сканирования поверхности и проведения разного рода измерений. В данной работе основное внимание будет уделено автогенераторному методу возбуждения колебаний такого зонда. Такой подход позволяет достаточно просто различить упругую и вязкую составляющую в силах взаимодействия острия зонда с поверхностью, и он легко реализуем средствами аналоговой электроники. Наиболее полно методы использования пьезорезонансных датчиков для разного рода измерений изложены в [132]. Методы, использованные в диссертационной работе, во многом созвучны с традиционными.

Современное состояние цифровой электроники и возможности сигнальных процессоров позволяют применять другие более гибкие и тонкие подходы к анализу параметров резонансной колебательной системы. Такая работа в рамках развития приборов семейства «НаноСкан» сегодня проводится в ФГБНУ ТИСНУМ, но на данный момент базовые конфигурации приборов семейства сканирующих нанотвердомеров работают в соответствии с подходами, изложенными в данной главе.

3.1 Конструкция и возможности серийной конфигурации сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-3D»

Схематическое изображение сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-3D», представлено на рисунке 3.1. Этот прибор предназначен для измерений топографии поверхности с нанометровым пространственным разрешением, измерения твердости материалов методами склерометрии и наноиндентирования (в диапазоне от 0,01 ГПа до 80 ГПа), измерений модуля упругости (Юнга) методом наноиндентирования и методом силовой спектроскопии (в диапазоне от 1 ГПа до 1000 ГПа). Также прибор позволяет измерять геометрические характеристики восстановленных отпечатков, сделанных с известным усилием, и последующим вычислением микротвердости по стандартным формулам.

Для уменьшения влияния вибраций и внешних шумов прибор располагается на виброизолирующей платформе и вместе с платформой помещается в специальную камеру (энклоузер), обеспечивающую защиту от акустических помех, потоков воздуха (сквозняков) и резких перепадов температуры.

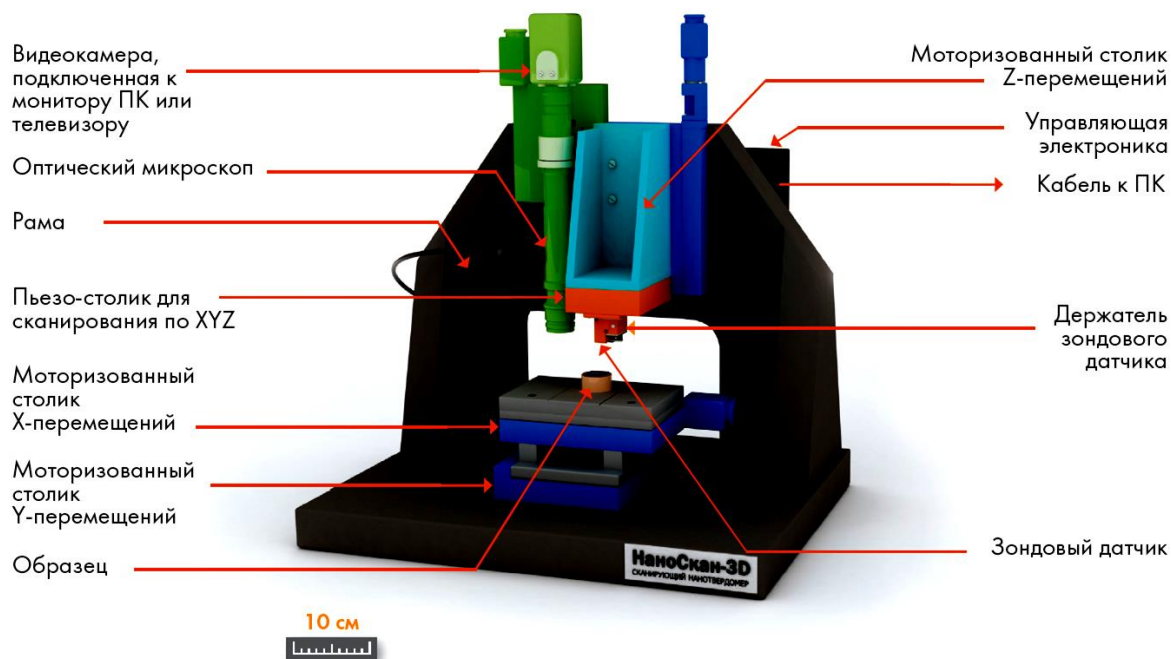


Рисунок 3.1 – Конструкция сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-3D».

«НаноСкан-3D» оборудован системой макро позиционирования образца относительно зонда, состоящей из 3 моторизованных столиков. Столики XY обеспечивают перемещение образца в плоскости XY на расстояние до 100 мм по каждой координате с минимальным шагом 1,25 мкм, а также служат для перемещения образца из-под оптической видеосистемы к области индентирования и обратно. Столик Z перемещает зонд прибора с шагом 60 нм по оси Z, позволяя варьировать высоту исследуемого образца на 80 мм, а также обеспечивает подвод и отвод острия зонда к поверхности образца. Общие габариты образца, размещаемого на предметном столике прибора, – до 100 мм в горизонтальной плоскости и до 80 мм по высоте.

Оптическая видеосистема предназначена для визуальной оценки качества поверхности образца и предварительного выбора места проведения измерений. С помощью моторизованных столиков XY прибор может автоматически перемещать место исследования на образце из-под оптического микроскопа под модуль сканирования и индентирования с точностью до 10 мкм.

Трехкоординатный пьезоэлектрический столик XYZ служит для нанопозиционирования объекта исследования в процессе сканирования и задания перемещений в процессе измерений.

XYZ-сканнер имеет следующие типичные характеристики:

Максимальное окно перемещений по XY – 100x100 мкм² или 200x200 мкм²;

Диапазон перемещения по Z – от 15 мкм до 30 мкм;

Минимальный шаг сканирования в плоскости XY – (1,5-3) нм;

Минимальный шаг сканирования по оси Z – (0,15-0,3) нм.

При работе прибора образец помещается на систему макропозиционирования. Зонд подводится к образцу сверху. Острие осциллирующего зонда находится в непосредственном контакте с поверхностью исследуемого объекта при проведении измерений. Зонд представляет собой пьезокерамический камертон с биморфными веточками и металлической ножкой. Он расположен на держателе, который вставляется в гнездо подпятника, закрепленного на пьезокерамическом нанопозиционере. Алмазный индентор закрепляется на конце верхней веточки камертона, рисунок 2.2 а. Конструкция и принципы работы зонда запатентованы.

Измерительный узел «НаноСкан-3D» состоит из зондового датчика и трехкоординатного пьезоэлектрического нанопозиционера (системы перемещения по осям XYZ) (рис. 3.1).

В прежней конструкции СЗМ «НаноСкан» образец помещался непосредственно на опоры XY-сканера в специальный держатель. Зонд подводился к исследуемой поверхности снизу. Крышка служила для защиты образца, зонда и систем позиционирования от механических, температурных, акустических и других внешних воздействий) (рис. 3.2).

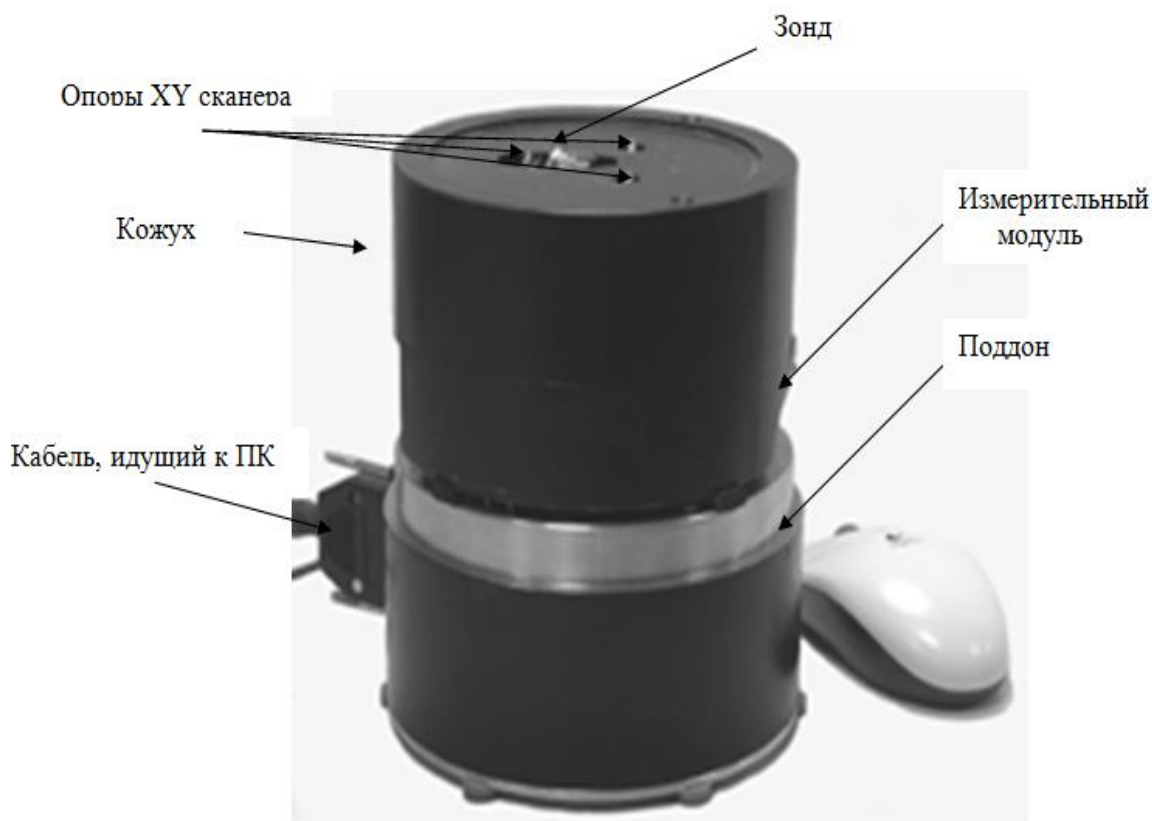


Рисунок 3.2 - Конструкция старинного СЗМ «НаноСкан»

Виброизоляция СЗМ «НаноСкан» была двухступенчатой (первой ступенью были упругие резиновые ножки прибора) и обеспечивала вполне приемлемый уровень подавления сейсмических помех, позволявший прибору работать в обычных лабораторных условиях без

применения дополнительных мер виброизоляции. Это было возможно в частности и благодаря высокой жесткости всех элементов измерительного модуля и высоким выше 1 кГц резонансным частотам всех элементов конструкции.

Система позиционирования состояла из трех пьезокерамических трубок, работавших в изгибном режиме и образующих XY-сканер, и Z-сканера, состоящего из короткой пьезокерамической трубки, работающей в режиме растяжения сжатия. XY-сканер обеспечивал горизонтальное перемещение исследуемого объекта. Z-сканер выполнял функцию вертикального перемещения зонда. Вертикальный и горизонтальный пьезопроводы работали в режимах пошагового движителя и нанопозиционирования. В режиме пошагового движителя XY-сканер позволял позиционировать объект исследования относительно зонда и при необходимости получать связанные изображения протяженных областей. В этом режиме (режиме пробрасывания образца) XY-сканер имел следующие характеристики:

- расстояние перемещения исследуемого объекта до 2 см;
- величина одного шага от 10 мкм до 0.1 мкм.

Z-сканер в режиме пошагового движителя производил подвод и отвод зонда при смене исследуемого объекта на расстояние ~10 мм. В режиме плавного перемещения Z-сканер имел окно всего 2 мкм и обычно не использовался при измерении рельефа поверхности. Отслеживание высоты рельефа в Z - направлении в режиме сканирования осуществлялось за счет изгиба биморфной ножки пьезокерамического зонда. Окно сканирования достигало 6 мкм, шаг был 0,2 нм. Конструкция зонда позволяла развивать усилие свыше 10 г (100 мН) при индентировании и царапании поверхности.

Режим нанопозиционирования применялся в процессе сканирования поверхности образца и измерения его механических свойств. В этом режиме XY-сканер работал в плавном режиме и имел следующие характеристики:

- максимальное окно сканирования 15x15 мкм;
- минимальный шаг 0,5 нм.

Система визуализации образца позволяла контролировать относительное расположение зонда и исследуемого объекта на экране монитора. Она состояла из миниатюрной видеокамеры, оптической системы и осветителя.

В приборах «НаноСкан» традиционно используется автогенераторная схема возбуждения колебаний зонда (рисунок 3.3). При этом две величины могут использоваться в качестве сигнала управления при сканировании: ΔA - разность между амплитудой свободных колебаний зонда A_0 и амплитудой установившихся колебаний при контакте с поверхностью A_c .

и ΔF - разность между частотой свободных колебаний зонда F_0 и частотой установившихся колебаний при контакте с поверхностью F_c .

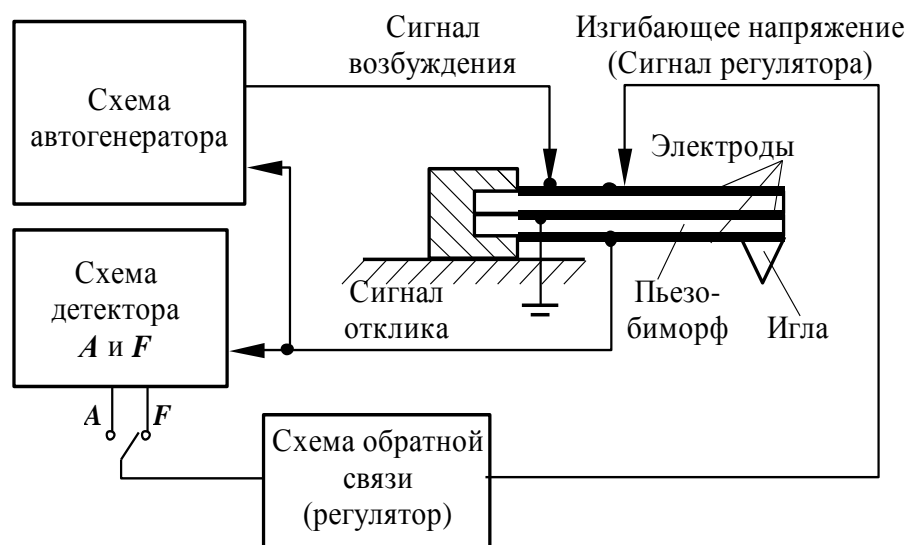


Рисунок 3.3 – Пьезокерамический биморфный элемент в составе модельного автогенераторного тракта.

Обратная связь поддерживает постоянными заданное значение величин ΔA или ΔF . Часто при обратной связи по ΔA и ΔF получаются разные по виду изображения одного и того же участка поверхности. При обратной связи по ΔA получается рельеф, как бы, грязной вязкой поверхности. При обратной связи по ΔF получается рельеф твердой упругой поверхности. Поэтому режим сканирования с обратной связью по ΔF эффективно работает даже на сильно загрязненных поверхностях. Увеличение рабочего значения ΔA приводит к более сильному контакту острия с поверхностью и уменьшению влияния загрязнения поверхности на измеряемый рельеф. Уменьшение значений ΔA и ΔF уменьшает интенсивность воздействия осциллирующего алмазного острия на поверхность и снижает вероятность ее пластической деформации в ходе сканирования. Режим работы по сдвигу частоты является базовым для приборов семейства «НаноСкан», поскольку в этом режиме не только лучше видна твердая поверхность материала, но и благодаря большему быстродействию этого канала регулирования и, как следствие, возможности более быстрого сканирования. Физическое обоснование этого факта будет дано позже.

На рис. 3.4 показаны сканы тестовой решетки *TGZ-02*, пролежавшей на открытом воздухе более 2 лет, в режимах поддержания постоянной частоты и постоянной амплитуды. В первом случае изображение соответствует поверхности структуры «оксид кремния на кремнии», во втором – поверхности «слоя грязи», покрывающей тестовую решетку

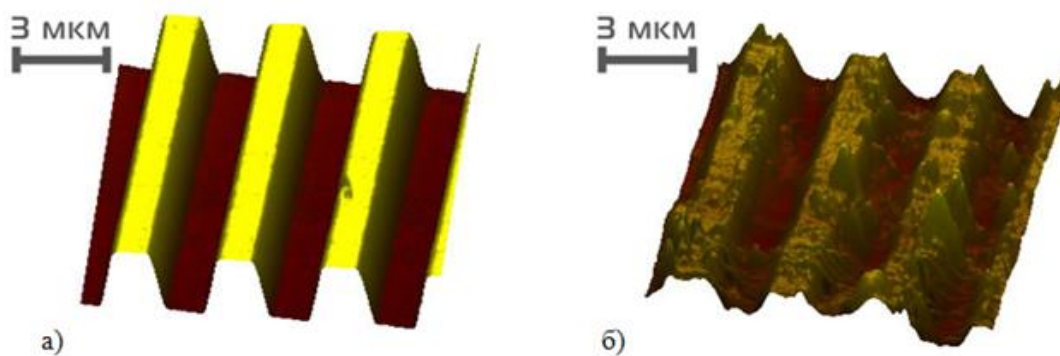


Рисунок 3.4 СЗМ изображения тестовой меры периода и высоты TGZ02. а) сканирование с обратной связью по частоте: изображение «упругой» (чистой) поверхности; б) сканирование с обратной связью по амплитуде: изображение «вязкой» (загрязненной) поверхности.

Отличительной особенностью сканирующих нанотвердомеров является возможность измерения твердости и модуля Юнга материала в точно определенных областях. Пример такого рода измерений представлен на рисунке 3.5. Рабочая область алюминиевого сплава сначала была отсканирована, затем в выбранные места было произведено инструментальное индентирование и после индентирования снова произведено сканирование рабочей области и оставленных прибором отпечатков в режиме СЗМ.

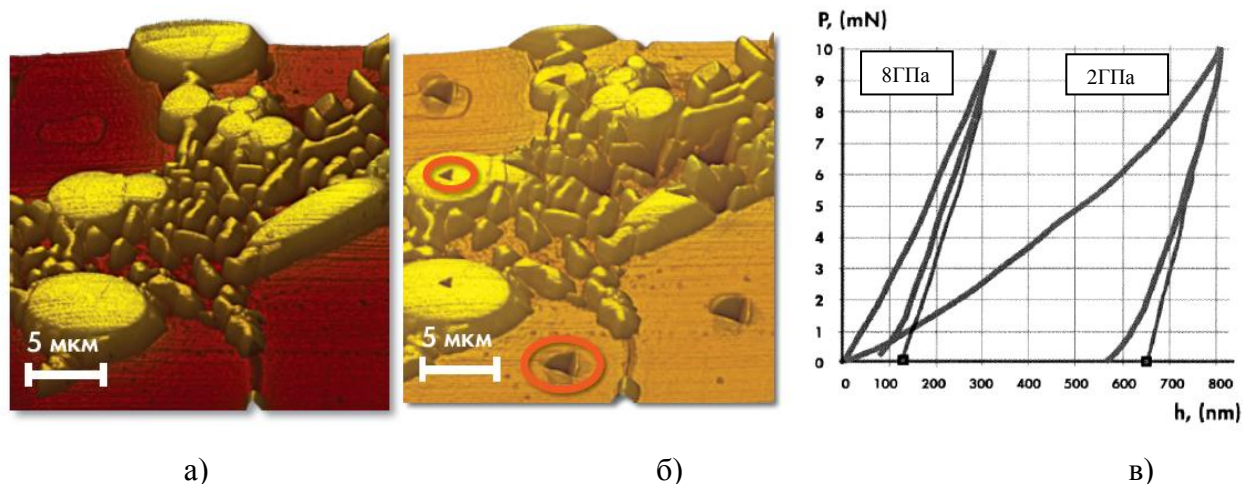


Рисунок 3.5 – Алюминиевый сплав Д16. а) перед индентированием; б) после индентирования, в) кривые нагрузка-разгрузка в двух выделенных областях.

Осуществление индентирования и последующее сканирование производится одним и тем же зондовым датчиком с одним и тем же алмазным индентором с использованием трехкоординатного пьезостола. Это позволяет предельно точно позиционировать острие индентора и избежать трудностей при поиске областей, где проводилось индентирование.

Ниже приведен ряд изображений, иллюстрирующих важность возможности сканирования отпечатков и царапин, возникающих на материале во время индентирования и измерения твердости методом склерометрии.

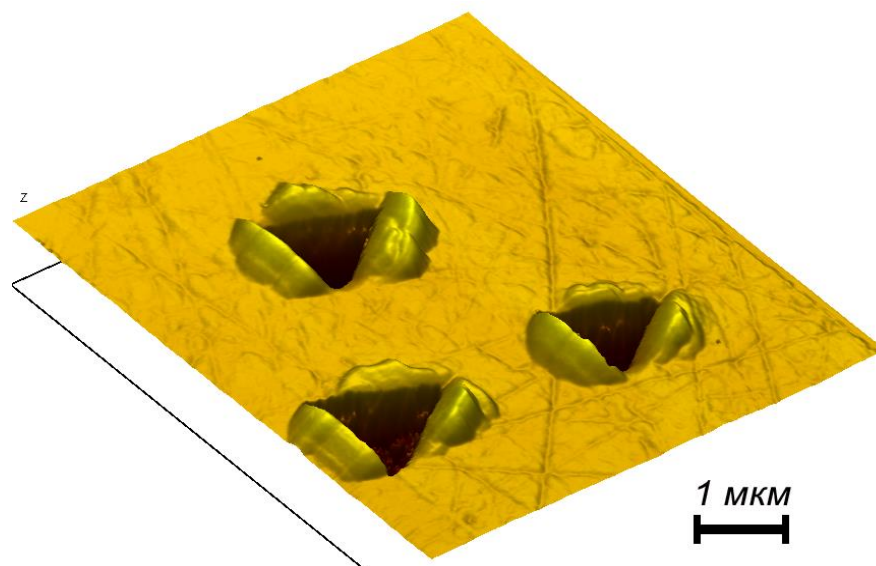


Рисунок 3.6 – Трехмерное СЗМ-изображение восстановленных отпечатков на образце титана (99%). Нагрузка 20мН.

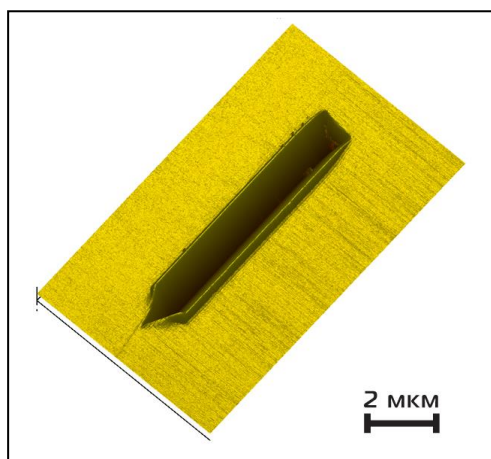
На скане хорошо видны наплывы, возникающие при индентировании (pile-up), искажающие значение твердости, измеряемое методом инструментального индентирования.

Значение твердости исследуемого материала можно определить методом склерометрии по известному значению твердости эталонного материала и соотношению нагрузок и ширин полученных царапин на исследуемом и эталонном материалах.

$$\left. \begin{aligned} b &= b_{\text{э}} \\ H &= H_{\text{э}} \frac{P}{P_{\text{э}}} \end{aligned} \right\}$$

Примеры такого рода измерений, осуществленных с использованием приборов и программного обеспечения «НаноСкан», представлены на рисунках 3.7 и 3.8.

Приведенные рисунки еще раз подтверждают высокую информативность получаемых с использованием гибридного резонансного зонда данных и важность функции сканирования в приборах, использующих методы склерометрии и индентирования для измерения механических свойств разнородных материалов.

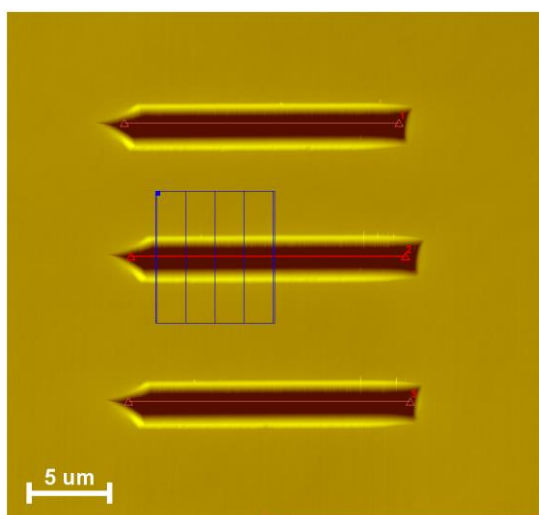


а)

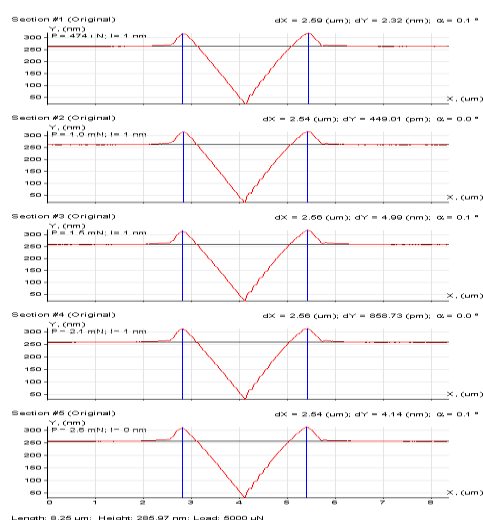


б)

Рисунок 3.7 – СЗМ изображения следов царапин: а) плавленный кварц, направление царапания: ребром индентора, нагрузка 20 мН, окно сканирования – 10х6 мкм; б) 1 мкм слой PNIPAm на стеклянной подложке, размеры 30х60х3 мкм, усилие 5 мН.



а)



б)

Рисунок 3.8 – Измерение твердости методом склерометрии, определение ширины восстановленного следа царапины. а) построение сечений; б) окно сечений.

Примером важности роли сканирования материала, деформированного в процессе измерения, является рисунок 3.9. Из него видно, что при увеличении нагрузки на индентор, во время царапания гранью вперед, на ряде материалов возникают наклонные трещины по краям царапины. Это возможно связано с накоплением напряжений по ходу царапания или неустойчивостью режима разрушений при склерометрии из-за конечной поперечной и

продольной жесткости зонда. В результате режим нанесения царапин гранью индентора вперед оказывается нестационарным и на получаемых царапинах затруднено выделение участка установившейся деформации. Как правило, для проведения измерений методом склерометрии на приборах «НаноСкан» используют режим нанесения царапин ребром индентора вперед.

Представленные примеры ярко демонстрируют возможности сканирующих нанотвердомеров в режиме посмотрел → измерил → посмотрел → обработал картинку → получил числа твердости. Такой режим достаточно долго был единственным доступным для приборов «НаноСкан» методом измерения твердости, но постепенно арсенал возможностей расширялся и сегодня эти приборы могут измерять твердость и модуль Юнга не только в выбранных точках, но и во время сканирования рельефа поверхности.

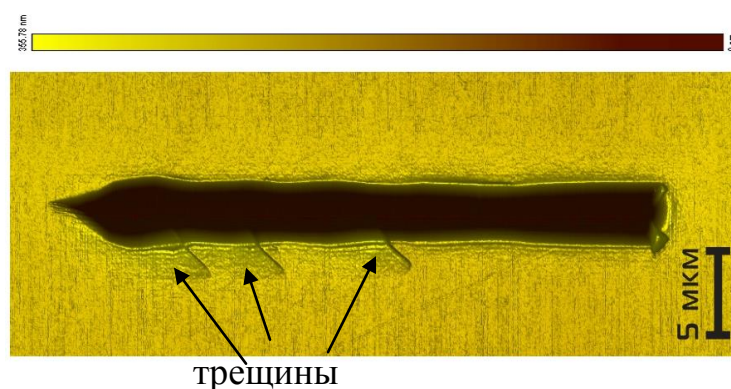


Рисунок 3.9 – Появление трещин в процессе нанесения царапин гранью индентора вперед. Материал: плавленый кварц. Нагрузка: 60 мН.

Еще один пример, иллюстрирующий важность визуализации результатов механического воздействия алмазного индентора на исследуемый образец, представлен на рис. 3.10.

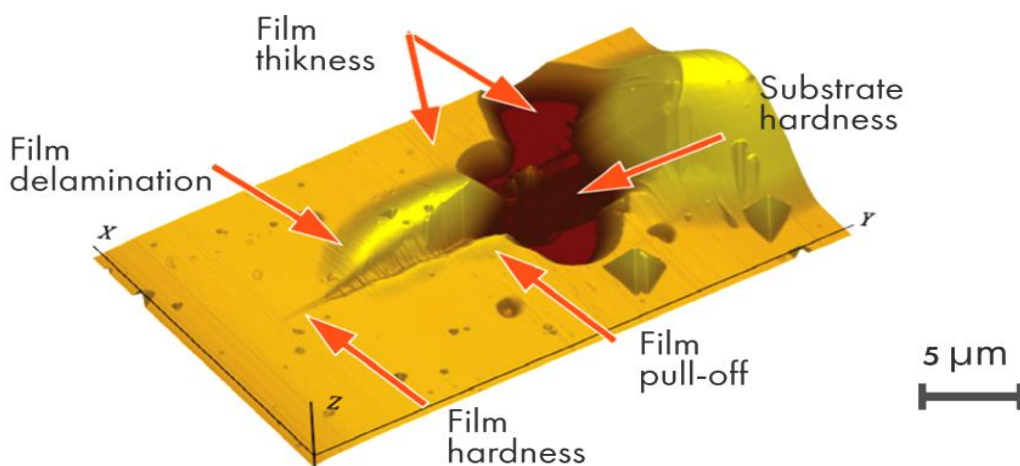


Рисунок 3.10 – Пример разрушения алмазоподобной пленки на кремниевой подложке.

Первые образцы «НаноСкана» были автономными портативными приборами, допускавшими транспортировку на большие расстояния одним человеком. В качестве рабочего мог использоваться ноутбук с РСМСІА разъемом, в который вставлялась компактная плата ввода-вывода информации. Дальнейшее развитие этого типа приборов пошло по пути расширения функциональных возможностей и повышения удобства работы с массивными образцами, поэтому современная конструкция имеет рамный характер, содержит множество моторизированных позиционеров и допускает вешивание на раму целой линейки разнородных измерительных приборов.

Отличительными особенностями приборов для проведения измерений методом инструментального индентирования являются крайне высокие механические напряжения и давление в области взаимодействия индентора с поверхностью образца. Возможность регистрации в процессе нагружения целого спектра физических величин позволяет наблюдать и исследовать не только деформации от механического напряжения, но и зависимость электрических свойств от давления в области контакта. Таким образом были зафиксированы фазовые переходы в кремнии при его инструментальном индентировании [133].

Детальную информацию о функциональных возможностях приборов семейства «НаноСкан» можно найти в Приложении А и на сайте – <http://nanoscan.info>.

3.2 Численный анализ зонда камертонной конструкции

Наиболее распространенным типом датчиков, применяемых в приборах «НаноСкан», являются пьезокерамические зонды камертонной конструкции. Используются как чисто керамические камертоны, так и комбинированная конструкция, когда веточки являются биморфными пьезоэлементами, а ножка сделана из металла. Именно комбинированная конструкция является основной для модификации «НаноСкан», предназначенной для полноценного использования в качестве прибора, осуществляющего инструментальное индентирование.

Точное аналитическое решение задачи о колебаниях реального составного камертона не представляется возможным, поэтому был использован численный подход для оценки резонансных свойств зонда и метод электромеханических аналогий для описания поведения зонда в составе автогенераторного тракта [88, 89]. Кроме того [136] колебания камертона на первой антисимметричной моде (которая как раз используется в приборах семейства «НаноСкан», схожи с колебаниями балки с закрепленным концом. Соответственно (см.

например [137]) первым приближением, которое может быть использовано при аналитическом рассмотрении, является анализ колебаний балки с закрепленным концом. Такое приближение идеально соответствует зондам, изготовленным из биморфных пьезокерамических элементов.

Рассмотрение колебаний камертонных зондов было произведено численно, а анализ колебаний зондов, представляющих собой единичную биморфную балку, аналитически и оно стало рабочим приближением при анализе технических характеристик зондов камертонной конструкции.

Расчет конструкции камертонного зонда был произведен в программе численного моделирования ANSYS Mechanic. На рисунке 3.11 представлена модель зонда, использованная при расчетах. Закрепленные поверхности, которые не участвовали в колебательном движении зонда, отмечены синим цветом. Параметры металлической ножки были выбраны следующими: $\rho = 8500 \text{ кг/м}^3$, $E = 120 \text{ ГПа}$, $\sigma = 0.35$, что соответствует свойствам латуни. Для пьезокерамических веточек механические характеристики имели значения: $\rho = 7500 \text{ кг/м}^3$, $E = 70 \text{ ГПа}$, $\sigma = 0.38$. Для винта и элемента державки значения модуля Юнга E и коэффициента Пуассона σ составили 200 ГПа и 0.3, плотность: $\rho = 7850 \text{ кг/м}^3$, что соответствует типичным величинам для нержавеющей стали.

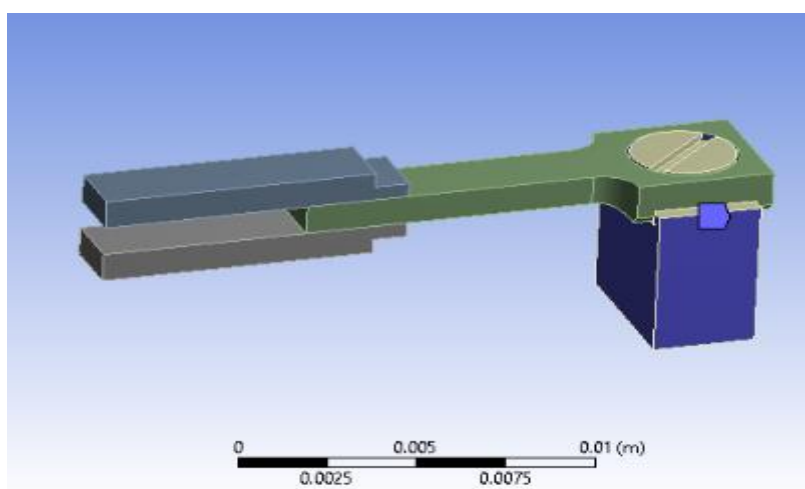


Рисунок 3.11 Камертонный зонд и узел его крепления.

По результатам расчета были найдены 25 колебательных мод зонда, вид и частота колебаний первых 10 приведены на рисунке 3.12. Цвет зонда соответствует величине смещения от положения равновесия в вертикальном или горизонтальном направлении (синий цвет – отрицательное смещение, зеленый цвет – нулевое, красный цвет – положительное смещение).

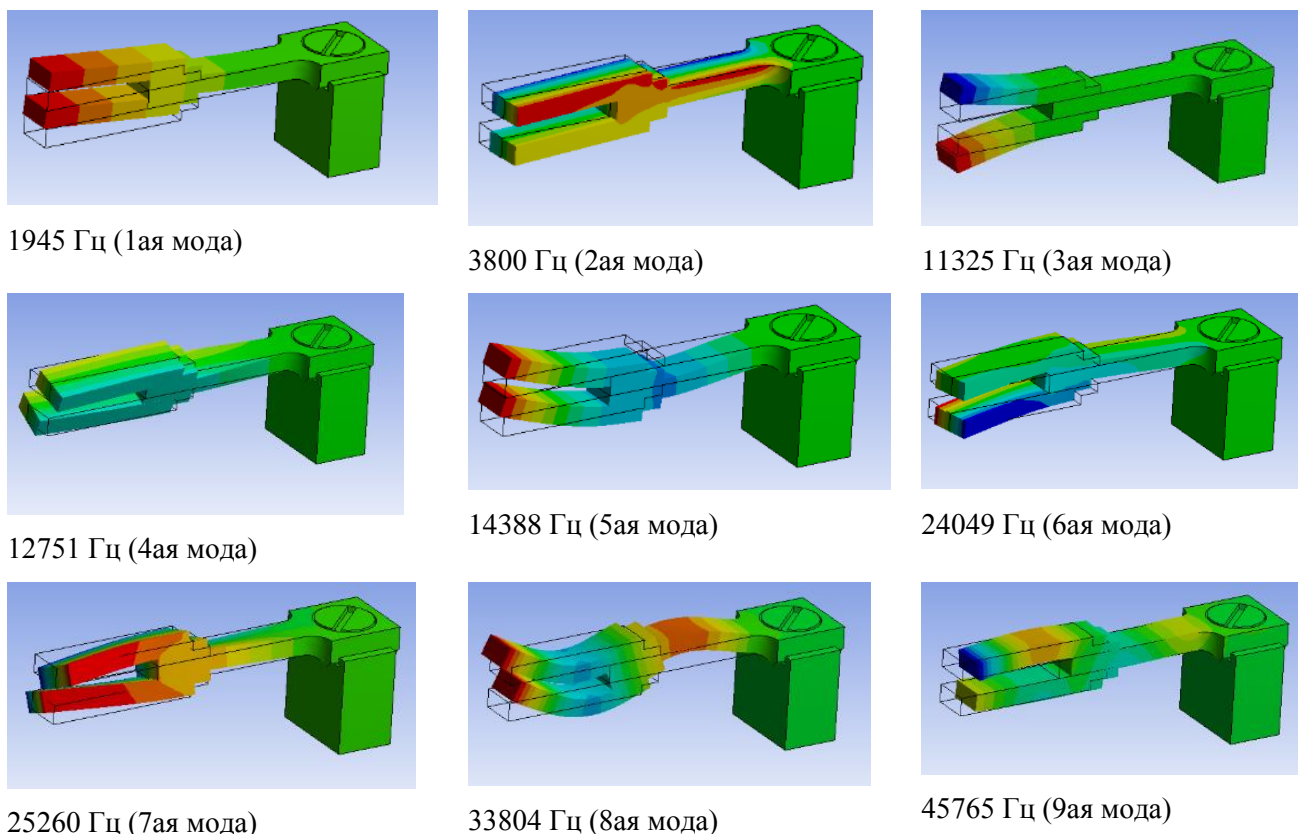
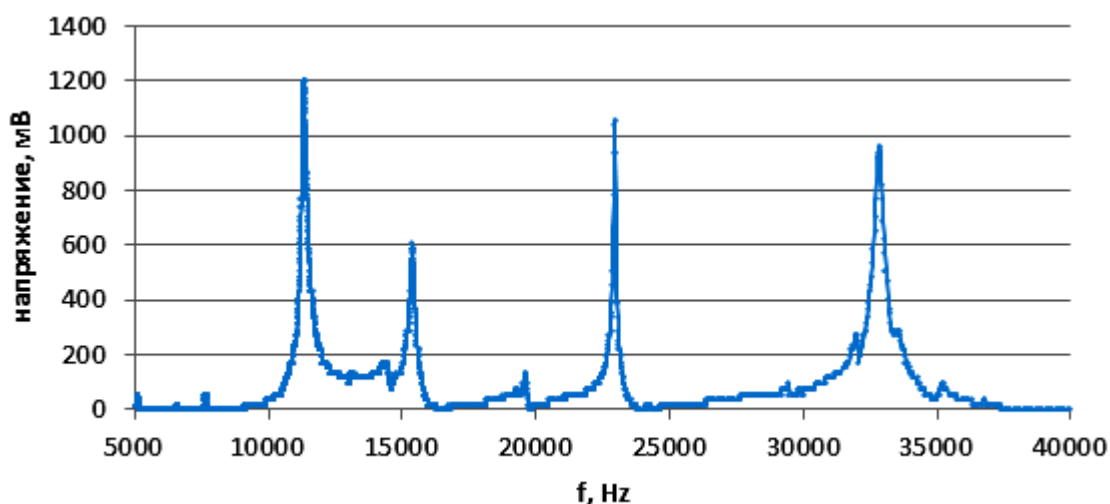


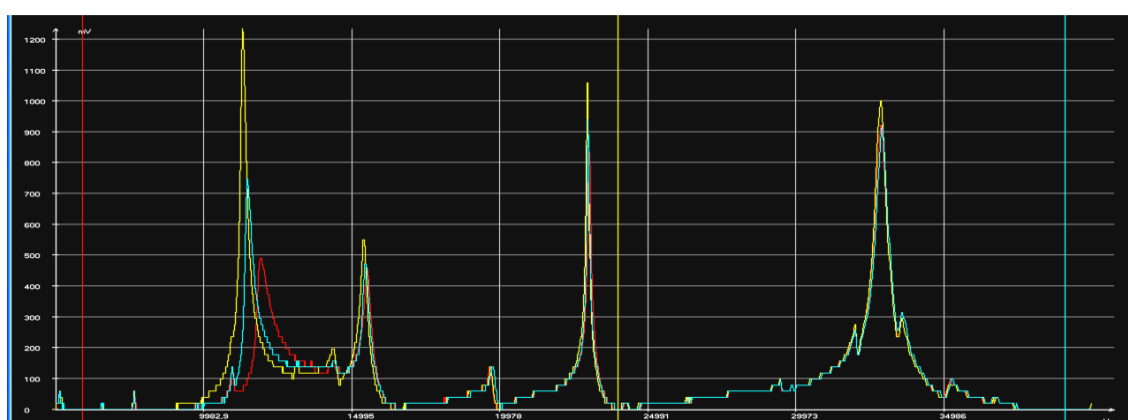
Рисунок 3.12 – Моды колебаний камертонного зонда и соответствующие им частоты (расчетные значения).

На рисунке 3.13 представлена экспериментальная АЧХ камертонного зонда. Данный зонд представляет собой описанную в главе 2.2 конструкцию, состоящую из двух пьезокерамических биморфов (рисунок 2.9б), изображение единичного биморфного элемента представлено на рисунке 2.8а. Возбуждающее напряжение подавалось на внутренний электрод одной из веточек камертона; снятие сигнала производилось с внутреннего электрода другой веточки. Как видно из рисунка, зонд состоит из двух пьезокерамических биморфных элементов, закрепленных на металлической ножке. Максимумы АЧХ соответствуют тем модам, в которых присутствуют изгибные колебания ножек камертона в вертикальном направлении (вертикальных, согласно ориентации камертона на рисунках 2.9, 3.11, 3.12).

Четыре наиболее высоких резонансных пика, представленных на рисунке 3.13, соответствуют частотам 11320 Гц, 15420 Гц, 22980 Гц и 32740 Гц. Соответствующие этим пикам расчетные моды колебаний действительно содержат значительную изгибную составляющую в резонансной деформации биморфных пьезокерамических элементов, образующих веточки камертона. Хорошо видно, что только для основного антисимметричного камертонного резонанса амплитуда и частота резонансных колебаний существенно изменяются при контакте острия индентора с поверхностью.



а)



б)

Рисунок 3.13 – Амплитудно-частотная характеристика зонда. Верхнее изображение а) соответствует зонду в свободном состоянии. Нижнее б) соединяет на одной картинке 3 АЧХ снятых при различных (возрастающих – желтая, голубая, красная кривые) уровнях взаимодействия острия индентора с тестовой поверхностью.

Учитывая описанный выше способ возбуждения и регистрации сигнала, а также диапазон, в котором была снята резонансная характеристика (от 5кГц до 40кГц), можно провести следующее сопоставление данных частот с расчетными модами, представленными на рисунке 3.12. Первый резонансный пик (именно он используется при работе прибора), имеющий частоту 11320 Гц, достаточно точно соответствует 3-ей антисимметричной моде колебаний (11325 Гц). Пик АЧХ с частотой колебаний 15420 Гц можно сопоставить с 5-ой модой колебаний (14388 Гц). Резонанс с частотой 22980 Гц скорее всего соответствует 7-й расчетной моде 24049 Гц. Пик с частотой 32740 Гц похож на 8-ю моду колебаний (33804 Гц). Соответствие снятой АЧХ модам колебаний не имеет особого значения, поскольку тракт возбуждения колебаний спроектирован так, чтобы исключить возникновение автогенерации на

нескольких модах сразу. На выраженность мод на АЧХ большую роль играет наличие в их составе изгибных колебаний усиков камертона, поскольку именно они возникают при подаче напряжения на биморфный элемент и регистрируются при снятии с него электрического сигнала.

Для того чтобы продемонстрировать идентичность колебаний зонда на 3-й моде с частотой 11325 Гц колебаниям балки с закрепленным концом, были проведены расчеты, показавшие, что если закрепить часть ножки по плоскости, обозначенной на рисунке 3.14 а цифрой «1», то первая мода колебаний оставшейся части (рисунок 3.14 б) будет иметь частоту 13730 Гц, если же провести закрепление по плоскости, обозначенной на рисунке 3.14 а цифрой «2», то частота первой моды отставшей части составит 7759 Гц.

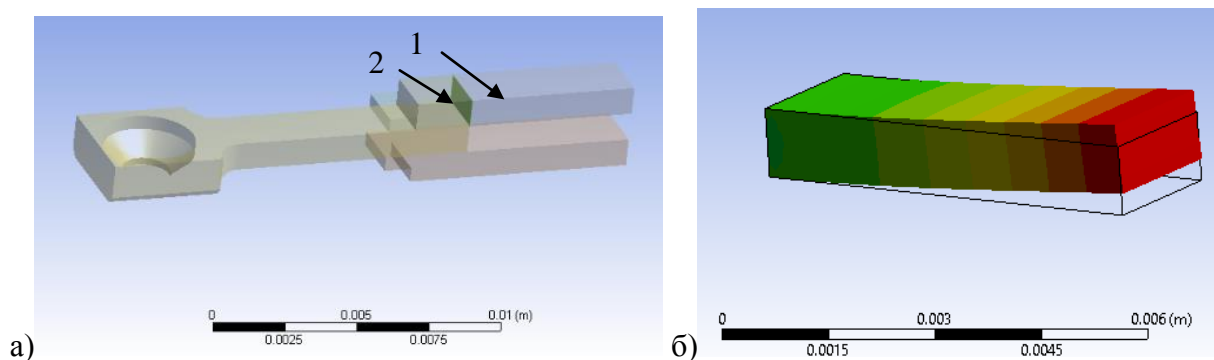


Рисунок 3.14 – Конструкция зонда (а) и вид деформации одного из усиков на рабочей моде колебаний (б).

Таким образом, при первом варианте резонансные частоты балки и камертона совпадают с точностью ~20%. Для полного совпадения резонансных частот длину «отрезаемой» части необходимо увеличить на 10%. Кроме того, хорошо видно (и давно известно) соответствие формы колебаний камертона на антисимметричной моде резонансной моде с формой колебаний балки с закрепленным концом.

Проведенное численное моделирование подтверждает аналогичность формы колебаний камертона на рабочей частоте первой моде колебаний балки с закрепленным концом. Поэтому далее будут рассматриваться колебания единичного пьезокерамического биморфа.

3.3 Аналитическое рассмотрение пьезокерамического биморфного зонда в составе автогенераторного тракта

Основные функциональные элементы, входящие в состав автогенераторного тракта сканирующего нанотвердомера «НаноСкан», приведены на рисунке 3.15.

Представленная схема является предельно упрощенной и удобна именно для математического описания процессов происходящих в автогенераторном тракте. Анализ реальной электронной схемы возбуждения проводился численно с использованием соответствующего программного обеспечения и дал результаты сходные с полученными аналитическим методом.

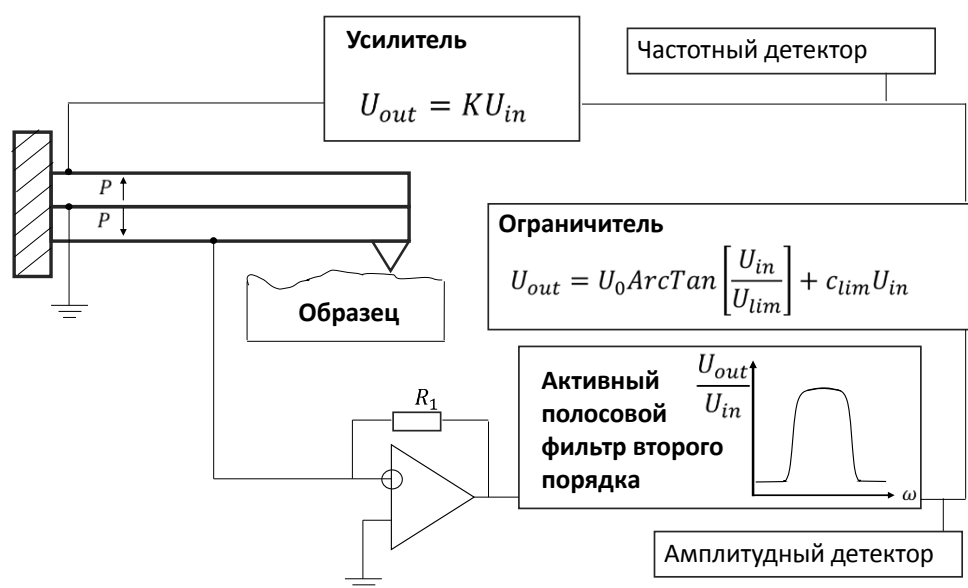


Рисунок 3.15 – Пьезокерамический биморфный элемент в составе модельного автогенераторного тракта.

Построение уравнения автоколебаний начнем с анализа динамического поведения пьезокерамического биморфного элемента. Основные соотношения, описывающие движение многослойной пьезокерамической балки, можно найти в [138]. Приведем необходимые для анализа выражения, внося модификации, связанные с особенностями используемой конструкции зонда, рисунок 3.6.

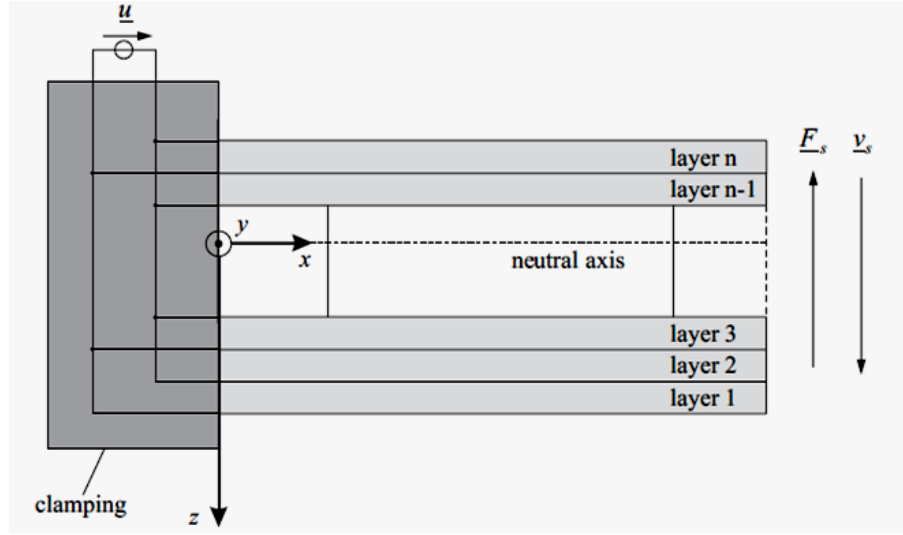


Рисунок 3.6 – Схематическое изображение пьезокерамического многослойного элемента [138].

Уравнения движения биморфного элемента в форме тонкой многослойной балки под действием внешней силы можно записать в виде:

$$C \frac{\partial^4 \xi(x,t)}{\partial x^4} + \mu \frac{\partial^2 \xi(x,t)}{\partial t^2} + r_a \frac{\partial \xi(x,t)}{\partial t} = f(x,t). \quad (3.1)$$

Символами μ , f и r_a обозначены погонная масса, сила и коэффициент пропорциональности между скоростью и возникающей из-за движения диссипативной силой на единицу длины (то есть так называемые погонные величины).

Символом C обозначена полная изгибная жесткость – коэффициент пропорциональности между изгибающим балку механическим моментом (относительно оси, проходящей через точку x) и $\frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2}$. Для пьезокерамического биморфного элемента длиной l , имеющего ширину w_i , высоту h_i , она определяется следующим соотношением:

$$C = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^n \frac{w_i}{s_{11,i}} [3h_i (\bar{z} - \sum_{j=1}^i h_j) (\bar{z} - \sum_{j=1}^{i-1} h_j) + h_i^3], \quad (3.2)$$

где, $s_{11} \equiv s_{1111}$ – компонента тензора коэффициентов упругой податливости s_{ijkl} ; $[s_{ijkl}] = \frac{m^2}{H}$, h_i – толщина i -го слоя, \bar{z} – положение средней линии, отсчитываемое от нижнего ребра рассматриваемой многослойной конструкции:

$$\bar{z} = \frac{\sum_{i=1}^n \frac{w_i}{s_{11,i}} h_i^2 - 2 \sum_{i=1}^n \frac{w_i}{s_{11,i}} h_i \sum_{j=1}^i h_j}{2 \sum_{i=1}^n \frac{w_i}{s_{11,i}} h_i}. \quad (3.3)$$

Данная жесткость связана с жесткостью C_F закрепленной балки на изгиб при приложении к ее концу силы F соотношением: $C_F = l^3 C$.

Выражения получены при условии выполнения гипотезы Бернулли о плоских сечениях и следующих предположениях:

- для внешнего изгибающего момента имеет место: $\sum_{i=1}^n F_{1,i} = 0$;
- отсутствуют внешние силы, действующие строго вдоль оси ОХ;
- связь механических напряжений и деформаций подчиняется закону Гука.

В случае $f(x, t) = 0$ уравнение (3.1) является однородным, его решение ищут в виде:

$$\xi_h(x, t) = X(x)\phi_0 e^{i\omega t}. \quad (3.4)$$

Индекс h это сокращение от слова однородный (homogene). Как следует из [138], решение для $X(x)$ имеет вид:

$$X(x) = \tilde{C}(kx)X(0) + \frac{1}{k}\tilde{S}(kx)\frac{dX}{dx}(0) + \frac{1}{k^2}\tilde{c}(kx)\frac{d^2X}{dx^2}(0) + \frac{1}{k^3}\tilde{s}(kx)\frac{d^3X}{dx^3}(0), \quad (3.5)$$

где обозначения $\tilde{C}(kx)$, $\tilde{S}(kx)$, $\tilde{c}(kx)$, $\tilde{s}(kx)$ означают функции Релея:

$$\tilde{S}(kx) = \frac{1}{2}[\sinh(kx) + \sin(kx)], \quad (3.6)$$

$$\tilde{C}(kx) = \frac{1}{2}[\cosh(kx) + \cos(kx)], \quad (3.7)$$

$$\tilde{s}(kx) = \frac{1}{2}[\sinh(kx) - \sin(kx)], \quad (3.8)$$

$$\tilde{c}(kx) = \frac{1}{2}[\cosh(kx) - \cos(kx)]. \quad (3.9)$$

Для однородного уравнения ($f(x, t) = 0$) при граничных условиях на закрепленном конце:

$$\xi_h(0, t) = 0, \quad (3.10)$$

$$\frac{d\xi_h}{dx}(0, t) = 0. \quad (3.11)$$

на свободном конце:

$$M(l, t) = 0, \quad (3.12)$$

$$F(l, t) = 0. \quad (3.13)$$

Из данных уравнений следует:

$$X(0) = 0, \quad (3.14)$$

$$\frac{dX}{dx}(0) = 0, \quad (3.15)$$

$$\frac{d^2X}{dx^2}(l) = 0, \quad (3.16)$$

$$\frac{d^3X}{dx^3}(l) = 0. \quad (3.17)$$

Из уравнений (3.5), а также уравнений (3.10) - (3.17):

$$1 + \cos(kl) \cosh(kl) = 0. \quad (3.18)$$

Данное уравнение определяет набор собственных волновых чисел k_m и частот для закрепленной с одного конца балки:

$$\omega_{h_m} = \frac{(k_m l)^2}{l^2} \sqrt{\frac{C}{\mu}}. \quad (3.19)$$

Зависимость коэффициентов $k_m l$ от номера моды колебаний представлена в таблице 1.

Таблица 1. Коэффициенты $k_m l$ для различных решений уравнения (3.18).

номер моды колебаний m	$k_m l$	$\omega_{h_m}/\omega_{h_1}$
1	1.875104	1
2	4.694091	6.27
3	7.854757	17.55
4	10.99554	34.39
5	14.13717	56.84
6	17.27876	84.91

Соответственно, произвольное решение $\xi_h(x, t)$ представляется в виде суммы собственных функций:

$$\xi_h(x, t) = \sum_{m=1}^{\infty} X_m(x) \phi_{h_m}(t), \quad (3.20)$$

где, опуская размерный множитель $\frac{1}{k_m^2} \frac{d^2 X_m}{dx^2}(0)$, функции X_m можно записать в виде:

$$X_m(x) = \tilde{c}(k_m x) - \tilde{s}(k_m x) \frac{\tilde{c}(k_m l)}{\tilde{s}(k_m l)}. \quad (3.21)$$

Как следует из [138], набор функций $X_m(x)$ являются ортогональным базисом, поэтому представляя решение неоднородного уравнения (3.1) в виде

$$\xi(x, t) = \sum_{m=1}^{\infty} X_m(x) \phi_m(t), \quad (3.22)$$

получаем:

$$\ddot{\phi}_m + 2\zeta_m \omega_{h_m} \dot{\phi}_m + \omega_{h_m}^2 \phi_m = \frac{\int_0^l f(x, l) X_m dx}{\mu \int_0^l X_m^2 dx}, \quad (3.23)$$

где ζ_m определено равенством:

$$\frac{r_a}{\mu} = \frac{r}{m} = 2\zeta_m \omega_{h_m}. \quad (3.24)$$

Уравнение (3.23) является основой для дальнейшего рассмотрения. Для детального анализа необходимо определить силы, действующие на зонд.

Согласно схеме, приведенной на рисунке 3.15, колебания стержня порождают силы, вызванные действием напряжения, приложенного к верхнему слою.

Учитывая данный факт, и следуя [138], заметим что приложенное напряжение эквивалентно изгибающему моменту, имеющему в данном случае выражение:

$$M_{piezo} = U(t) \frac{1}{2} \frac{d_{31} w_2}{s_{11}^E h_2} [2\bar{z} h_2 - 2h_2 \sum_{j=1}^2 h_j + h_2^2] \equiv U(t) m_{piezo}. \quad (3.25)$$

Здесь $d_{31} \equiv d_{311}$ – компонента тензора пьезоэлектрических коэффициентов d_{ikl} ; $[d_{ikl}] = \frac{м}{В}$; w_i и h_i – ширина и толщина i -го слоя. В работе [138] напряжение предполагалось синусоидально зависящим от времени; в нашем случае можно оставить закон изменения напряжения в виде произвольной функции $U(t)$. Момент M_{piezo} представим в виде силы, действующей на единицу длины балки:

$$f_U(x, t) = M_{piezo} \left[\frac{d\delta}{dx}(x - l) - \frac{d\delta}{dx}(x) \right]. \quad (3.26)$$

Кроме напряжения $U(t)$ на пьезокерамический зонд действуют сила $F(h, \dot{h})$, обусловленная контактом иглы с поверхностью (здесь $h(t)$ -углубление зонда в образец). Полагаем, что данная сила действует на стержень в месте крепления иглы $x = l_0$: $F = F(\xi(l_0, t), \xi_t'(l_0, t))$. Для краткости будем писать $F(\xi, \xi_t')$, подразумевая определение, данное выше.

В этом случае составляющая силы $f(x, t)$, обусловленная контактом с поверхностью записывается в виде:

$$f_{cont}(x, t) = F(\xi, \xi_t') \delta(x - l_0). \quad (3.27)$$

Объединяя указанные выше силы

$$f(x, t) = f_{cont}(x, t) + f_U(x, t), \quad (3.28)$$

и подставляя данное выражение в уравнение (3.23) получаем равенство:

$$\ddot{\phi}_m + 2\zeta_m \omega_{h_m} \dot{\phi}_m + \omega_{h_m}^2 \phi_m = - \frac{U(t) m_{piezo} \frac{dX_m}{dx}(l)}{\mu \int_0^l X_m^2 dx} + \frac{F(\xi, \xi_t') X_m(l_0)}{\mu \int_0^l X_m^2 dx}. \quad (3.29)$$

Множители $\frac{\frac{dX_m(l)}{dx}}{\mu \int_0^l X_m^2 dx}$ и $\frac{X_m(l_0)}{\mu \int_0^l X_m^2 dx}$ могут быть вычислены с использованием уравнений (3.6)-(3.9), (3.21):

$$\frac{\frac{dX_m(l)}{dx}}{\mu \int_0^l X_m^2 dx} = \frac{1}{\mu l^2} \alpha_U(k_m l), \quad (3.30)$$

$$\frac{X_m(l_0)}{\mu \int_0^l X_m^2 dx} = \frac{1}{\mu l} \alpha_F(k_m l, k_m l_0). \quad (3.31)$$

В таком случае уравнение (3.29) переписывается в виде:

$$\ddot{\phi}_m + 2\zeta_m \omega_{h_m} \dot{\phi}_m + \omega_{h_m}^2 \phi_m = -U(t) m_{Piezo} \frac{\alpha_U(k_m l)}{\mu l^2} + F(\xi, \xi') \frac{\alpha_F(k_m l, k_m l_0)}{\mu l}. \quad (3.32)$$

Согласно [138] заряд, возникающий на первом слое биморфного элемента при его изгибе:

$$Q(x, t) = -m_{Piezo} \frac{\partial \xi(x, t)}{\partial x}. \quad (3.33)$$

Благодаря использованию в электрической схеме трансимпедансного усилителя (рисунку 3.15) возникающий на нижней обкладке заряд превращается в ток I :

$$I(t) = \frac{\partial Q(l, t)}{\partial t}, \quad (3.34)$$

учитывая (3.33):

$$I(t) = -m_{Piezo} \left. \frac{\partial^2 \xi(x, t)}{\partial t \partial x} \right|_{x=l}. \quad (3.35)$$

Далее этот ток преобразуется в напряжение U согласно формуле:

$$U(t) = K \left(U_0 \arctan \left(\frac{U_f(-I(t)R_1)}{U_{lim}} \right) + c_{lim} U_f(-I(t)R_1) \right). \quad (3.36)$$

В результате уравнение (3.32) приобретает вид:

$$\ddot{\phi}_m + 2\zeta_m \omega_{h_m} \dot{\phi}_m + \omega_{h_m}^2 \phi_m =$$

$$\begin{aligned}
& -Km_{Piezo} \frac{\alpha_U(k_m l)}{\mu l^2} \left(U_0 \arctan \left(\frac{1}{U_{lim}} U_f(m_{Piezo} \partial_{t,x}^2 \xi(x, t)|_{x=l} R_1) \right) \right. \\
& \quad \left. + c_{lim} U_f(m_{Piezo} \partial_{t,x}^2 \xi(x, t)|_{x=l} R_1) \right) + \\
& \quad + F(\xi, \xi'_t) \frac{\alpha_F(k_m l, k_m l_0)}{\mu l}.
\end{aligned} \tag{3.37}$$

Учитывая соотношение (3.22):

$$\begin{aligned}
& \ddot{\phi}_m + 2\zeta_m \omega_{h_m} \dot{\phi}_m + \omega_{h_m}^2 \phi_m = \\
& -Km_{Piezo} \frac{\alpha_U(k_m l)}{\mu l^2} \left(U_0 \arctan \left(\frac{1}{U_{lim}} U_f(m_{Piezo} R_1 \sum_{m=1}^{\infty} \dot{\phi}_m \partial_x X_m(x)|_{x=l}) \right) \right. \\
& \quad \left. + c_{lim} U_f(m_{Piezo} R_1 \sum_{m=1}^{\infty} \dot{\phi}_m \partial_x X_m(x)|_{x=l}) \right) + F(\xi, \xi'_t) \frac{\alpha_F(k_m l, k_m l_0)}{\mu l}.
\end{aligned} \tag{3.38}$$

Для различных значений m уравнения (3.38) задают систему самосогласованных уравнений, которая может быть разрешена относительно переменных $\phi_m(t)$ (функции $X_m(t)$ при этом определены соотношением (3.21)). Соответствующее им вертикальное перемещение в месте крепления иглы задается соотношением $\xi(l_0, t) = \sum_{m=1}^{\infty} X_m(l_0) \phi_m(t)$ (см. уравнение (3.22)).

Систему уравнений (3.38) можно упростить. Для этого заметим, согласно [138], что при возбуждении биморфного элемента гармонической силой $F_{osci} \cos(\Omega t)$ амплитуда колебаний $\xi(x, t)$ описывается выражением:

$$\xi(x, t) = \frac{4}{l\mu} \sum_{m=1}^{\infty} X_m(x) \frac{\alpha_F(k_m l, k_m l)}{\omega_m^2 \sqrt{\left(1 - \left(\frac{\Omega}{\omega_{h_m}}\right)^2\right)^2 + \left(2\zeta_m \frac{\Omega}{\omega_{h_m}}\right)^2}} F \cos \left(\Omega t - \operatorname{atan} \left(\frac{2\zeta_m \frac{\Omega}{\omega_{h_m}}}{1 - \left(\frac{\Omega}{\omega_{h_m}}\right)^2} \right) \right). \tag{3.39}$$

Естественно, форма АЧХ биморфного резонатора является Лоренцевской. В резонансе m -я мода колебаний имеет амплитуду $\phi_m(t)$ в Q раз больше чем все моды колебаний, значения частот которых больше ω_m и ω_m^2/ω_n^2 для всех мод колебаний с $n < m$. Беря типичное значение добротности зонда, используемого в приборах «НаноСкан» $Q \sim 60$, получаем, что для

незначительных сдвигов частоты, когда $\Delta\omega: \frac{\omega}{\Delta\omega} \sim Q$, достаточно учитывать только одну моду колебаний (для пьезокерамической балки – первая мода колебаний). Данное утверждение остается в силе и для зондов с другим значением свободной добротности. При автогенераторном режиме возбуждения колебаний моды, отстоящие достаточно далеко от рабочей, подавляются активным фильтром. Сигнал на выходе симметричного амплитудного ограничителя будет содержать только нечетные гармоники основной рабочей частоты и в силу того, что для закрепленной балки частоты ее мод колебаний не образуют целочисленного ряда, эти частоты не будут совпадать с максимумами отклика биморфного элемента (см. таблицу 1).

При дальнейшем построении модели будем учитывать только один коэффициент в разложении $\xi(x, t)$ по собственным функциям $X_m(x)$: $\phi_1(t)$:

$$\xi(x, t) = X_1(x)\phi_1(t). \quad (3.40)$$

Уравнения (3.38) в таком случае превращаются в соотношение вида:

$$\begin{aligned} \ddot{\phi}_1 + 2\zeta_1\omega_{h_1}\dot{\phi}_1 + \omega_{h_1}^2\phi_1 = \\ -Km_{Piezo}\frac{\alpha_U(k_1l)}{\mu l^2}\left(U_0 \arctan\left(\frac{1}{U_{lim}}U_f\left(m_{Piezo}R_1\dot{\phi}_1\frac{dX_m}{dx}\Big|_{x=l}\right)\right) + \right. \\ \left. + c_{lim}U_f\left(m_{Piezo}R_1\dot{\phi}_1\frac{dX_m}{dx}\Big|_{x=l}\right)\right) + F(\xi, \xi_t)\frac{\alpha_F(k_1l, k_1l_0)}{\mu l}. \end{aligned} \quad (3.41)$$

Вертикальное смещение биморфного элемента в точке крепления индентора ($x = l_0$) обозначим:

$$z(t) = X_1(l_0)\phi_1(t). \quad (3.42)$$

Заметим, что для первой моды колебаний:

$$\int_0^l X_1^2 dx = l/4. \quad (3.43)$$

Откуда, из (3.30) следует:

$$X_1'(x)|_{x=l} = \frac{\alpha_U(k_1l)}{4l}. \quad (3.44)$$

Тогда уравнение (3.41) приобретает в вид:

$$\ddot{z} + 2\zeta_1\omega_{h_1}\dot{z} + \omega_{h_1}^2z =$$

$$\begin{aligned}
& -KX_1(l_0)m_{Piezo}\frac{\alpha_U(k_1l)}{\mu l^2}\left(U_0 \arctan\left(\frac{1}{U_{lim}}U_f\left(m_{Piezo}R_1\dot{z}\frac{\alpha_U(k_1l)}{4lX_1(l_0)}\right)\right)\right. \\
& \quad \left.+ c_{lim}U_f\left(m_{Piezo}R_1\dot{z}\frac{\alpha_U(k_1l)}{4lX_1(l_0)}\right)\right) + \\
& \quad + F(\xi, \xi'_t)X_1(l_0)\frac{\alpha_F(k_1l, k_1l_0)}{\mu l}.
\end{aligned} \tag{3.45}$$

Учитывая определение (3.19) перепишем соотношение (3.45) в виде:

$$\begin{aligned}
& \mu l \ddot{z} + 2\zeta_1 \frac{(k_1l)^2}{l} \sqrt{\mu C} \dot{z} + \frac{(k_1l)^4}{l^3} Cz = \\
& - \frac{KX_1(l_0)m_{Piezo}\alpha_U(k_1l)}{l} \left(U_0 \arctan\left(\frac{1}{U_{lim}}U_f\left(m_{Piezo}R_1\dot{z}\frac{\alpha_U(k_1l)}{4lX_1(l_0)}\right)\right) \right. \\
& \quad \left. + c_{lim}U_f\left(m_{Piezo}R_1\dot{z}\frac{\alpha_U(k_1l)}{4lX_1(l_0)}\right) \right) + \\
& \quad + F(z, \dot{z})X_1(l_0)\alpha_F(k_1l, k_1l_0).
\end{aligned} \tag{3.46}$$

Вводя обозначения

$$m \equiv \mu l / 4, \tag{3.47}$$

$$\gamma_0 \equiv \zeta_1 \frac{(k_1l)^2}{2l} \sqrt{\mu C}, \tag{3.48}$$

$$k_0 \equiv \frac{(k_1l)^4}{4} \frac{C}{l^3}, \tag{3.49}$$

$$\alpha = \frac{X_1(l_0)m_{Piezo}\alpha_U(k_1l)}{4l}, \tag{3.50}$$

$$\beta = m_{Piezo} \frac{\alpha_U(k_1l)}{4lX_1(l_0)}. \tag{3.51}$$

Получаем уравнение вида

$$m \ddot{z} + \gamma_0 \dot{z} + k_0 z = -\alpha K \left(U_0 \arctan\left(\frac{1}{U_{lim}}U_f(\beta R_1 \dot{z})\right) + c_{lim}U_f(\beta R_1 \dot{z}) \right) + F(z, \dot{z})X_1(l_0)\frac{\alpha_F(k_1l, k_1l_0)}{4}. \tag{3.52}$$

Для первой моды колебаний согласно таблице 1, $k_1l = 1.875104$, значит приведенная динамическая жесткость k оказывается в 2.64 раза больше статической жесткости $\frac{C}{3l^3}$, определяемой как отношение приложенной к концу балки силы к вертикальному смещению ее

конца. Эффективная масса колебательной системы m равна $1/4$ массы балки μl , такое же значение эффективной массы приводится в [139].

Для рассматриваемой первой моды колебаний ($m=1$) коэффициенты $\alpha_U(k_m l)$ и $\alpha_F(k_m l, k_m l_0)X_1(l_0)$ имеют достаточно простой вид:

$$\alpha_U(k_1 l) = 5.506, \quad (3.53)$$

$$\begin{aligned} \frac{1}{4} \alpha_F(k_1 l, k_1 l_0) X_1(l_0) = & 0.25 \left(\cosh \left(1.8751 \frac{l_0}{l} \right) - \cos \left(1.8751 \frac{l_0}{l} \right) + \right. \\ & \left. + 0.7341 \left(\sin \left(1.8751 \frac{l_0}{l} \right) - \sinh \left(1.8751 \frac{l_0}{l} \right) \right) \right)^2. \end{aligned} \quad (3.54)$$

Зависимость коэффициента $\frac{1}{4} \alpha_F(k_1 l, k_1 l_0) X_1(l_0)$ от отношения l_0/l представлена на рисунке 3.16.

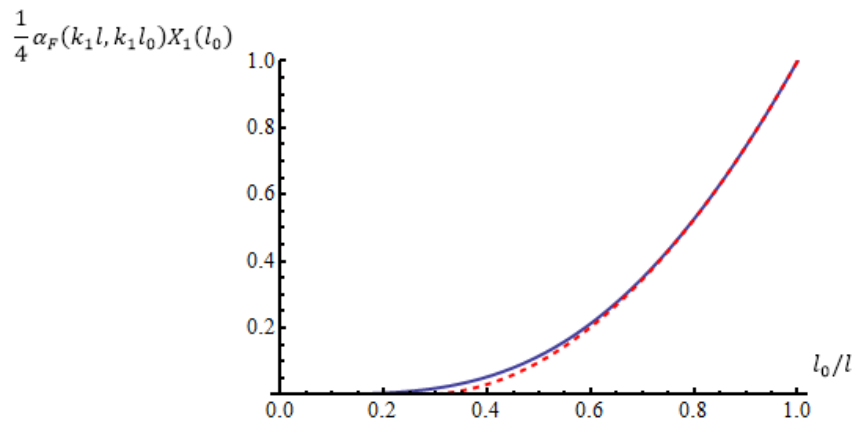


Рисунок 3.16 – Синяя сплошная линия: зависимость коэффициента $\frac{1}{4} \alpha_F(k_1 l, k_1 l_0) X_1(l_0)$ от отношения l_0/l . Красная пунктирная линия – аппроксимация $\alpha_F = 1 + 2.753(l_0/l - 1) + 1.895(l_0/l - 1)^2$.

Из данного рисунка следует очевидный факт: при закреплении индентора близко к месту соединения веточек камертона приложенная к кончику индентора сила $F(z, \dot{z})$ практически не оказывает влияния на поведение пьезокерамического зонда. В случае, когда место закрепления иглы находится во второй половине балки-веточки (ближе к свободному концу), влияние возникающей при контакте силы квадратично возрастает с удалением индентора от ножки камертона.

Традиционно индентор крепится к концу веточки, поэтому полагаем $\frac{1}{4} \alpha_F(k_1 l, k_1 l_0) X_1(l_0) \approx 1$. Исходя из реального способа крепления индентора, более корректной

оценкой было бы значение 0.8. Практическое применение предлагаемой модели подразумевает снятие калибровочных кривых для получения значений необходимых параметров ($m, k_0, \gamma_0, \alpha, \beta, U_{lim}, K, U_0, R_1$ или определенных комбинаций этих коэффициентов). Использование данных прямого расчета, исходя из размеров зонда, свойств составляющих его материалов и параметров автогенераторного тракта, приводит к слишком большой ошибке при дальнейших расчетах механических свойств исследуемого материала. В дальнейшем будем считать $\frac{1}{4}\alpha_F(k_1l, k_1l_0)X_1(l_0) = 1$.

Кроме того, будем считать, что резонансная характеристика полосового фильтра является достаточно плоской, и он не вносит существенного фазового сдвига, фильтруя сигнал, (то есть его добротность существенно меньше добротности зонда) и примем $|U_f(x)| = |x|$. Применимость этого подхода будет ограничена диапазоном частот $\Delta\omega_f$: $\frac{f}{\Delta f} \sim Q_{filter}$. Добротность фильтра является настраиваемой величиной, типичное значение составляет 30. Учитывая типичную резонансную частоту $f \sim 11.5$ кГц, получаем $\Delta f \sim 400$ Гц. Кроме того, будем считать, что именно в фильтре происходит сдвиг фаз на π , поэтому примем: $U_f(x) = -x$.

Учитывая данное упрощение, уравнение (3.52) приобретает вид:

$$m\ddot{z} + \gamma_0\dot{z} + k_0z = \alpha K \left(U_0 \arctan\left(\frac{\beta R_1 \dot{z}}{U_{lim}}\right) + c_{lim}\beta R_1 \dot{z} \right) + F(z, \dot{z}). \quad (3.55)$$

Таким образом, слагаемое $c_{lim}\frac{\beta \dot{z}}{U_{lim}}$, связанное с положительной обратной связью, изменяет коэффициент демпфирования колебаний $\gamma_0 \rightarrow \gamma_0 - \alpha K c_{lim}\beta R_1$. При дальнейшем анализе коэффициенты при производных будем представлять в прежнем виде (уравнение (3.55)). При таком подходе m, γ_0, k_0, α и β являются характеристиками зонда, а параметры U_0, K, U_{lim} и R_1 характеризуют электрическую схему самовозбуждения.

3.4 Анализ квазистационарного решения нелинейного уравнения колебаний

Для анализа поведения зонда в составе автогенератора рассмотрим уравнения вида:

$$m\ddot{z} + \gamma_0\dot{z} + k_0z = F_\Sigma(z, \dot{z}) + F_{drive}\sin(t), \quad (3.56)$$

где $\omega_0 = \sqrt{\frac{k_0}{m}}$ – резонансная частота зонда в отсутствии внешних сил, обусловленных взаимодействием с образцом. Незатухающие колебания поддерживаются за счет обратной

связи в цепи электрического тракта, то есть слагаемое $F_{\Sigma}(z, \dot{z})$ содержит не только внешние силы, но и слагаемые, возникающие из-за положительной обратной связи.

Рассмотрим квазигармонические решения уравнения (3.56), когда изменения амплитуды и фазы за период малы:

$$\begin{cases} \varphi'(t) \ll \omega \\ A'(t) \ll \omega \end{cases} \quad (3.57)$$

Ищем установившиеся колебания в виде:

$$z(t) = z_0 - A(t) \cos(\omega t + \varphi(t)). \quad (3.58)$$

Применяя метод укороченных уравнений [140], получаем выражения вида:

$$\begin{cases} A \left(k_0 - m\omega^2 \left(1 + \frac{\varphi'}{\omega} \right) \right) \cos(\varphi) - \omega(A'm + A\gamma_0) \sin(\varphi) = -\frac{\omega}{\pi} \int_0^{\frac{2\pi}{\omega}} F_{\Sigma}(z(t), \dot{z}(t)) \cos(\omega t) dt \\ \omega(A'm + A\gamma_0) \cos(\varphi) + A \left(k_0 - m\omega^2 \left(1 + \frac{\varphi'}{\omega} \right) \right) \sin(\varphi) = \frac{\omega}{\pi} \int_0^{\frac{2\pi}{\omega}} F_{\Sigma}(z(t), \dot{z}(t)) \sin(\omega t) dt + F_{drive} \end{cases} \quad (3.59)$$

Учитывая неравенство (3.57), слагаемыми $\frac{\varphi'}{\omega}$ можно пренебречь. В этом случае система (3.59) приобретает вид:

$$\begin{cases} A(k_0 - m\omega^2) \cos(\varphi) - \omega(A'm + A\gamma_0) \sin(\varphi) = -\frac{\omega}{\pi} \int_0^{\frac{2\pi}{\omega}} F_{\Sigma}(z(t), \dot{z}(t)) \cos(\omega t) dt \\ \omega(A'm + A\gamma_0) \cos(\varphi) + A(k_0 - m\omega^2) \sin(\varphi) = \frac{\omega}{\pi} \int_0^{\frac{2\pi}{\omega}} F_{\Sigma}(z(t), \dot{z}(t)) \sin(\omega t) dt + F_{drive} \end{cases} \quad (3.60)$$

Уравнения (3.60) могут быть использованы для анализа переходных процессов, возникающих при изменении параметров колебательной системы, например внедрении зонда в поверхность. В описанном выше автогенераторном режиме возбуждения колебаний внешнее воздействие отсутствует, поэтому полагаем $F_{drive} = 0$. В этом приближении уравнение (3.56) не содержит слагаемых, явно зависящих от t и без ограничения общности можно считать, что $\varphi = 0$. В таком случае выражение (3.58) приобретает вид:

$$z = z_0 - A \cos(\omega t). \quad (3.61)$$

А система (3.59) упрощается до вида:

$$\begin{cases} A(k_0 - m\omega^2) = -\frac{\omega}{\pi} \int_0^{2\pi} F_\Sigma(z(t), \dot{z}(t)) \cos(\omega t) dt \\ \omega(A'm + A\gamma_0) = \frac{\omega}{\pi} \int_0^{2\pi} F_\Sigma(z(t), \dot{z}(t)) \sin(\omega t) dt \end{cases} \quad (3.62)$$

Если ввести обозначения

$$Fc(F_\Sigma) = \frac{1}{\pi} \int_0^{2\pi} F_\Sigma\left(z\left(\frac{t}{\omega}\right), \dot{z}\left(\frac{t}{\omega}\right)\right) \cos(t) dt, \quad (3.63)$$

$$Fs(F_\Sigma) = \frac{1}{\pi} \int_0^{2\pi} F_\Sigma\left(z\left(\frac{t}{\omega}\right), \dot{z}\left(\frac{t}{\omega}\right)\right) \sin(t) dt, \quad (3.64)$$

то систему (3.62) можно записать еще в более компактном виде:

$$\begin{cases} A(m\omega^2 - k_0) = Fc \\ \omega(A'm + A\gamma_0) = Fs \end{cases} \quad (3.65)$$

В стационарном случае ($A'(t) = 0$) первое уравнение данной системы совпадает с зависимостью, задаваемой соотношениями (1.124) и (1.125), а также (1.120) при $\omega \neq \omega_0$ и малых сдвигах резонансных частот $\Delta\omega \ll \omega_0$. Второе уравнение дает дополнительную информацию, и будет использовано далее.

В автогенераторном тракте «НаноСкан», описываемом уравнением (3.55), $F_\Sigma = \alpha \arctan\left(\frac{\beta\dot{z}}{U_{lim}}\right) + F(z, \dot{z})$; соответственно система (3.55) приобретает вид:

$$\begin{cases} A(m\omega^2 - k_0) = Fc(F) \\ \omega(A'm + A\gamma_0) - 2\alpha U_0 K \left(\sqrt{1 + \frac{U_{lim}^2}{A^2 \beta^2 R_1^2 \omega^2}} - \frac{U_{lim}}{A\beta R_1 \omega} \right) = Fs(F) \end{cases} \quad (3.66)$$

Стационарный случай.

В стационарном случае ($A'(t) = 0$) из полученной системы уравнений следует вывод аналогичный приведенному в работе [141], где в отличие от рассматриваемого автогенераторного тракта, рассматривалась система с внешним возбуждением. В обоих случаях консервативные силы в основном влияют на сдвиг резонансной частоты, а диссипативные силы в основном влияют на изменение амплитуды колебаний.

Анализ автогенератора проведем схожим с работой [141] способом. Введем четную $\overrightarrow{F_{even}}$ и нечетную $\overrightarrow{F_{odd}}$, как функции скорости, составляющие силы относительно $\dot{z} = 0$. Для описываемого уравнением (3.61) закона колебаний данные замены имеют вид:

$$\overrightarrow{F_{even}(t)} = \frac{\overrightarrow{F(z(t), \dot{z}(t))} + \overrightarrow{F(z(-t), \dot{z}(-t))}}{2}, \quad (3.67)$$

$$\overrightarrow{F_{odd}(t)} = \frac{\overrightarrow{F(z(t), \dot{z}(t))} - \overrightarrow{F(z(-t), \dot{z}(-t))}}{2}. \quad (3.68)$$

Обратное выражение для полной силы:

$$\overrightarrow{F(z(t), \dot{z}(t))} = \overrightarrow{F_{even}(t)} + \overrightarrow{F_{odd}(t)}. \quad (3.69)$$

В соответствии с определениями (3.63), (3.64):

$$Fc(F) = Fc(F_{even}), \quad (3.70)$$

$$Fs(F) = Fs(F_{odd}). \quad (3.71)$$

Кроме того, для работы сил $\overrightarrow{F_{even}}$ и $\overrightarrow{F_{odd}}$ за период имеют место соотношения:

$$\oint (\overrightarrow{F_{even}} d\vec{s}) = \int_0^{2\pi/\omega} F_{even}(z(t), \dot{z}(t)) z'(t) dt = 0, \quad (3.72)$$

$$\oint (\overrightarrow{F_{odd}} d\vec{s}) = \int_0^{2\pi/\omega} F_{odd}(z(t), \dot{z}(t)) z'(t) dt = \pi A \cdot Fs(F_{odd}). \quad (3.73)$$

При таком разбиении, сила F_{odd} является чисто диссипативной, а сила F_{even} чисто консервативной.

В случае вязкого сопротивления движению совершающая работу сила $F_{odd} = \gamma_{odd} \dot{z}$ и выражение $\oint (\overrightarrow{F_{odd}} d\vec{s}) < 0$. Рассеиваемая за период энергия будет $W_{diss} = -\oint (\overrightarrow{F_{odd}} d\vec{s})$.

Заметим, что в случае гармонического движения, имеет место равенство:

$$W_{diss} = -\oint (\overrightarrow{F_{odd}} d\vec{s}) = -\pi A \cdot Fs(F_{odd}). \quad (3.74)$$

Для простейшего случая линейно изменяющейся в процессе перемещения консервативной силы $F_{even} = k \cdot z$ связанная с ней диссипация равна нулю. В более сложном случае, в силу того, что решение уравнения (3.56) является почти гармоническим, производные силы $\frac{\partial F}{\partial z}$ и $\frac{\partial F}{\partial \dot{z}}$ будут меняться за период колебаний зонда. В этом приближении выражение для силы:

$$F \approx F|_{z=z_0, \dot{z}=0} + (z - z_0) \frac{\partial F}{\partial z} \Big|_{z=z_0} + \dot{z} \frac{\partial F}{\partial \dot{z}} \Big|_{\dot{z}=0},$$

и в силу равенства (3.61) и определения (3.67) получаем зависимость:

$$Fc(F) \approx -A \frac{\partial F}{\partial z} \Big|_{z=z_0}. \quad (3.75)$$

Согласно первому уравнению системы (3.66) получаем:

$$m\omega^2 - k_0 \approx -\frac{\partial F}{\partial z}\bigg|_z = z_0. \quad (3.76)$$

Таким образом, в рамках данного приближения чисто консервативные силы (обуславливающие компоненту F_c) не приводят к изменению амплитуды колебаний зонда. Для чисто диссипативных сил компонента F_c равна нулю, а значит (см. первое уравнение (3.66)) $\omega = \sqrt{k_0/m}$. Следовательно, чисто диссипативные силы (обуславливающие компоненту F_s) приводят только к падению амплитуды в силу второго уравнения (3.66).

Нестационарный случай

Рассмотрение нестационарного случая проведем для силы $F = -(k(z) \cdot z + \gamma_{diss}(z)\dot{z})$, что описывает достаточно широкий класс контактных сил (знак «-» означает что положительное направление оси z направлено «от образца»). Будем также считать, что $k(z)$ и $\gamma_{diss}(z)$ слабо изменяются за период и примем их постоянными: данное приближение не позволяет сделать выводов о плавной динамике поведения зонда при изменении силы взаимодействия с образцом, но позволяет получить оценку скорости его реагирования при скачкообразном изменении k и γ_{diss} . В таком случае система (3.66) принимает вид:

$$\begin{cases} m\omega^2 = k + k_0 \\ \omega \left(\frac{A'}{A} m + \gamma_0 + \gamma_{diss} \right) - \frac{2\alpha U_0 K}{A} \left(\sqrt{1 + \frac{U_{lim}^2}{A^2 \beta^2 R_1^2 \omega^2}} - \frac{U_{lim}}{A \beta R_1 \omega} \right) = 0 \end{cases} \quad (3.77)$$

В рамках используемого приближения первое уравнение данной системы означает, что привнесенная жесткость приводит к мгновенному изменению частоты резонансных колебаний зонда и как следствие к мгновенному скачку генерируемой автогенератором частоты.

Второе уравнение системы показывает, что при большом запасе по усилению $\left(\frac{U_{lim}}{A \beta R_1 \omega} \ll 1 \right)$ скорость перестройки амплитуды определяется выражением:

$$A = A_0 e^{(t_0 - t) \frac{\gamma_0 + \gamma_{diss}}{m}}. \quad (3.78)$$

Постоянная времени перестройки $\tau^* = \frac{m}{\gamma_0 + \gamma_{diss}}$ определяется добротностью нагруженной системы: если ввести обозначение $Q^* = \frac{\sqrt{m(k+k_0)}}{\gamma_0 + \gamma_{diss}}$ то, учитывая первое уравнение системы (3.77), можно записать: $\tau^* = \frac{Q^*}{\omega}$.

В случае малого запаса по усилению в тракте $\left(\frac{U_{lim}}{A\beta R_1\omega} \gg 1\right)$ и слабом уровне самовозбуждения решение второго уравнения системы (3.77) приводит к зависимости

$$A = A_0 e^{(t_0 - t) \frac{\gamma_0 + \gamma_{diss} - \frac{\alpha U_0 K \beta R_1}{U_{lim}}}{m}}. \quad (3.79)$$

То есть при низком уровне ограничения (вблизи порога автогенерации), амплитуда изменяется медленно и быстродействие данного канала управления прижимом острого зонда к поверхности уменьшается. Эффективное значение добротности в этом случае увеличивается до значения

$$Q^* = \frac{\sqrt{m(k+k_0)}}{\gamma_0 + \gamma_{diss} - \frac{\alpha U_0 K \beta R_1}{U_{lim}}}, \text{ а время быстродействия возрастает до } \tau^* = \frac{Q^*}{\omega} = \frac{\sqrt{m(k+k_0)}}{\omega \left(\gamma_0 + \gamma_{diss} - \frac{\alpha U_0 K \beta R_1}{U_{lim}} \right)}.$$

Система (3.62) и система (3.66) не позволяют получить данные о скорости изменения резонансной частоты составной колебательной системы, однако данную информацию можно извлечь непосредственно из уравнения (3.55), по крайней мере, для случая малого запаса по усилению в тракте усиления $\frac{U_{lim}}{A\beta R_1\omega} \gg 1$. В условиях отсутствия слагаемых, явно зависящих от времени, а также предполагая, что сила F_z может быть разложена в ряд: $F \approx F|_{z=z_0, \dot{z}=0} + (z - z_0) \frac{\partial F}{\partial z}|_{z=z_0} + \dot{z} \frac{\partial F}{\partial \dot{z}}|_{\dot{z}=0}$, то есть когда система линейна и колебания практически гармонические.

$$m\ddot{z} + \left(\gamma_0 - \alpha K U_0 \frac{\beta R_1}{U_{lim}} - c_{lim} \beta R_1 - \frac{\partial F}{\partial \dot{z}} \Big|_{\dot{z}=0} \right) \dot{z} + \left(k_0 - \frac{\partial F}{\partial z} \Big|_{z=z_0} \right) z + z_0 \frac{\partial F}{\partial z} \Big|_{z=z_0} = 0. \quad (3.80)$$

В этом случае при изменении массы m или жесткости k системы колебания будут представляться в виде суперпозиции собственных решений уравнения (3.80), являющихся колебаниями с частотой $\sqrt{k/m}$, соответствующей текущим параметрам системы. Таким образом, на основе укороченных уравнений, можно утверждать, что изменение частоты колебаний при контакте острого зонда с поверхностью происходят практически мгновенно, то есть за время сопоставимое с периодом резонансных колебаний.

3.5 Свободные колебания зонда

Из первого уравнения системы (3.66) следует, что в отсутствие внешних сил ($F = 0$, а, следовательно, $F_{c1}(F) = 0$, $F_{s1}(F) = 0$) автоколебания происходят на собственной частоте зонда:

$$\omega = \omega_0 \equiv \sqrt{\frac{k}{m}}. \quad (3.81)$$

Второе уравнение задает зависимость амплитуды колебаний от параметров α и β , включающих в себя согласно уравнениям (3.50) и (3.51) параметры цепи и пьезокерамического биморфного элемента. Это уравнение имеет вид:

$$A = 2 \frac{\alpha U_0 K}{\omega_0(\gamma_0 - \alpha\beta R_1 K c_{lim})} \sqrt{1 + \frac{U_{lim}}{U_0} \frac{\alpha\beta R_1 K c_{lim} - \gamma_0}{\alpha\beta R_1 K}}. \quad (3.82)$$

Данную зависимость можно сравнить с экспериментальными данными, полученными на приборе «НаноСкан». Прибор позволяет измерять зависимость амплитуды колебаний от коэффициента петлевого усиления в тракте автогенератора K_{exper} , который на снимаемом графике представляется в виде числа, связанного с коэффициентом усиления K . В данном случае целью сравнения является определение качественных особенностей поведения и для преобразования кода в коэффициент усиления было выбрано простейшее линейное преобразование $K_{exper}[\text{y. e.}] \rightarrow K: K = (K_{exper} + 15.5)/220$. Соответствующая зависимость изображена на рисунке 3.17а синей линией и на рисунке 3.17 б синими точками.

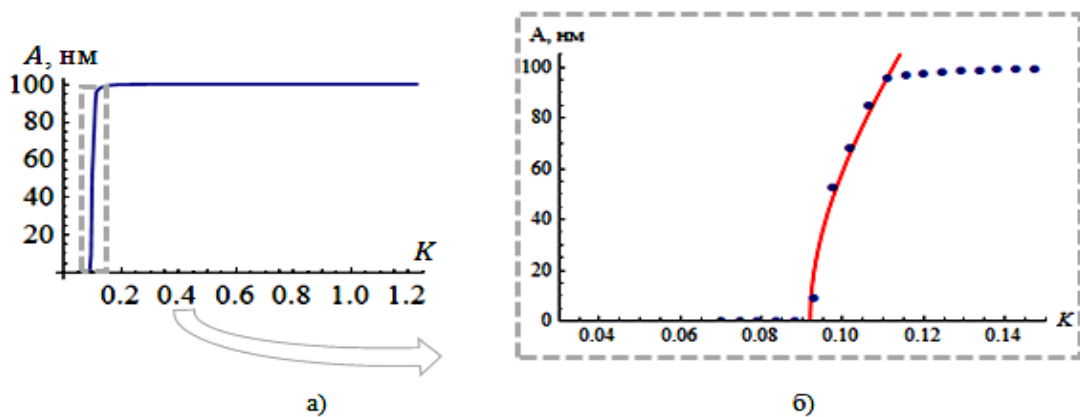


Рисунок 3.17 – Зависимость уровня амплитуды колебаний зонда от кода, линейно связанного с коэффициентом петлевого усиления.

Из экспериментальной зависимости видно, что уровень установившихся колебаний быстро достигает насыщения и далее почти не зависит от усиления K . Данный факт связан с конкретным видом используемого ограничителя (рисунок 3.15) и обусловлен необходимостью работы прибора с высоким запасом по усилению. Амплитудный детектор расположен до ограничителя, тем не менее, в силу замкнутости петли автогенерации ограничение в одной точке эквивалентно ограничению сигнала в любой другой точке схемы.

При малых коэффициентах усиления экспериментальная зависимость может быть описана формулой (3.82). Как видно из рисунка 3.15б достаточно хорошее совпадение достигается при $\gamma_0 = 8.08 \cdot 10^{-2} \text{ Н} \cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$, $U_0 = 7.1 \text{ В}$, $U_{lim} = 0.2 \text{ В}$, $c_{lim} = 0.5$, $\omega = 11.5 \text{ кГц} \cdot 2\pi$, $R_1 = 35 \text{ кОм}$, $\alpha = 0.84 \cdot 10^{-4} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $\beta = 0.83 \cdot 10^{-4} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$.

Использованные значения параметров можно сравнить с оценками соответствующих величин, сделанными исходя из конструкции камертонного зонда. Будем считать, что расчет производится для пьезокерамического биморфного элемента, представляющего собой свободную часть одной из ножек камертона, так как это было рассмотрено в главе 3.2. Веточка камертона представляет собой балку, представленную на рисунке 3.14б (является частью камертона, отрезанной по сечению «1» на рисунке 3.14а). Длина данной балки $l = 6 \text{ мм}$, толщина пьезокерамических слоев $h_1 = h_2 = 0.5 \text{ мм}$, ширина $w_1 = w_2 = 2 \text{ мм}$. Марка пьезоматериала: ЦТС – 19. При заданной геометрии и одинаковых свойствах обоих слоев, согласно формуле (3.3) параметр $\bar{z} = 0.5 \text{ мм}$. То есть нейтральная линия, как и следовало ожидать, находится на границе двух слоев (параметр \bar{z} отсчитывается вверх от нижнего ребра многослойной конструкции). Для материала ЦТС-19 можно принять [96, 97]: $s_{11}^E = 15 \cdot 10^{-12} \text{ м}^2/\text{Н}$, $d_{31} = -175 \cdot 10^{-12} \text{ Кл/Н}$, $\left(\frac{\text{Кл}}{\text{Н}} = \frac{\text{м}}{\text{В}}\right)$. В таком случае из уравнения (3.25) получаем: $m_{piezo} = 5.47 \frac{\text{мм} \cdot \text{мН}}{\text{В}}$. Отсюда, считая $l_0 = l$, и используя равенство (3.53), а также определения (3.50), (3.51), получаем: $\alpha \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $\beta \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$. Резонансная частота и добротность реального зонда, исходя из АЧХ зонда (рисунок 3.13), составляют: $\omega \sim 11.3 \text{ кГц} \cdot 2\pi$, $Q \sim 50$. Масса m , согласно формуле (3.47), а также в соответствии с принятыми в разделе 3.2 для расчета плотностью $\rho = 7500 \frac{\text{кг}}{\text{м}^3}$ и величинами h_1 , h_2 , w_1 , w_2 и l , составляет $m = 2.25 \cdot 10^{-5} \text{ кг}$. Жесткость k_0 согласно определению (3.49) и формуле (3.2) составляет $k_0 \sim 1.5 \cdot 10^5 \text{ Н/м}$. Параметр $\gamma_0 = \frac{\sqrt{k_0 m}}{Q} \sim 0.37 \text{ Н} \cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$.

Таким образом, характеристики пьезокерамического биморфного элемента, использованные при сравнении экспериментальной зависимости и теоретических расчетов,

касающихся амплитуды установившихся колебаний, по порядку величины совпадают с оценками, полученными исходя из физических параметров зонда, что говорит о неплохом соответствии между моделью, описывающей изменение амплитуды колебаний, и поведением электронного тракта прибора.

В ситуации реального использования гибридного резонансного зонда для измерения параметров области контакта и свойств исследуемого материала для того, чтобы получаемые данные соответствовали реальным значениям, проводится ряд предварительных калибровок всей измерительной системы на тестовых образцах с точно известными механическими свойствами. Такая ситуация характерна не только для приборов семейства «НаноСкан», но и для любого другого прибора, использующего методы инструментального индентирования и сканирующей зондовой микроскопии.

3.6 Влияние привнесенных потерь на амплитуду колебаний зонда

В разделе 3.4 было показано, что чисто диссипативные силы не приводят к сдвигу резонансной частоты: для таких сил $F_c(F) = 0$, а $F_s(F)$ связано с введенной величиной теряемой энергии W_{diss} соотношением (3.74). В таком случае система (3.66) может быть записана в виде:

$$\begin{cases} A(m\omega^2 - k_0) = 0 \\ A(\gamma_0 - \alpha K c_{lim} \beta R_1) \omega - 2\alpha U_0 K \left(\sqrt{1 + \frac{U_{lim}^2}{A^2 \beta^2 R_1^2 \omega^2}} - \frac{U_{lim}}{A \beta R_1 \omega} \right) = -\frac{W_{diss}}{\pi A}. \end{cases} \quad (3.83)$$

Первое уравнение этой системы определяет резонансную частоту ω , связанную однозначно с массой m и жесткостью k_0 . В случае наличия консервативных сил в области взаимодействия резонансная частота будет отличаться от $\sqrt{k_0/m}$, но в данном разделе мы такие силы не рассматриваем. Для чисто диссипативных сил решение второго уравнения системы (3.83) имеет вид:

$$A = \frac{\alpha \cdot U_0 \cdot K}{\gamma_1 \omega} \sqrt{-\frac{W_{diss} \gamma_1 \omega}{\pi \alpha^2 K^2 U_0^2} + 2 \left(1 - \frac{U_{lim} \gamma_1}{\alpha \beta K R_1 U_0} \right) + 2 \sqrt{\left(-\frac{W_{diss} \gamma_1 \omega}{\pi \alpha^2 K^2 U_0^2} + \left(1 - \frac{U_{lim} \gamma_1}{\alpha \beta K R_1 U_0} \right)^2 \right)}, \quad (3.84)$$

где

$$\gamma_1 = \gamma_0 - \alpha K c_{lim} \beta R_1. \quad (3.85)$$

Получается, что изменение амплитуды при наличии потерь W_{diss} определяется параметрами: $\frac{\alpha \cdot U_0 \cdot K}{\gamma_1 \omega}$, $\frac{\gamma_1 \omega}{\pi \alpha^2 K^2 U_0^2}$ и $\frac{U_{lim} \gamma_1}{\alpha \beta K R_1 U_0}$. Используем полученные в разделе 3.5 оценки этих величин ($\alpha \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $\beta \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $c_{lim} \sim 0.5$, $R_1 \sim 35 \text{ кОм}$, $\omega \sim 11.3 \text{ кГц} \cdot 2\pi$, $\gamma_0 \sim 0.37 \text{ Н} \cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$, $U_{lim} \sim 0.2 \text{ В}$, $U_0 \sim 7.1 \text{ В}$), а также выберем $K \sim 0.1$, что соответствует коэффициенту усиления, при котором колебания уже возникли, но еще не слишком сильно ограничены, рис. 3.17. Указанные выше параметры имеют следующие значения: $\frac{\alpha \cdot U_0 \cdot K}{\gamma_1 \omega} \sim 34 \text{ нм}$, $\frac{\gamma_1 \omega}{\pi \alpha^2 K^2 U_0^2} \sim 3.3 \cdot 10^9 \text{ Дж}^{-1}$, $\frac{U_{lim} \gamma_1}{\alpha \beta K R_1 U_0} \sim 1.9$. На основании оценок с использованием формулы (3.84) можно построить зависимость амплитуды колебаний от величины привнесенных потерь W_{diss} для различных условных значений коэффициента усиления, соответствующие зависимости представлены на рисунке 3.18. Пунктирной линией обозначена пороговая зависимость, означающая срыв генерации:

$$A_{lim} = \sqrt{\frac{W}{\pi \gamma_1 \omega} + 2 \frac{U_{lim}}{\beta R_1 \gamma_1 \omega} \sqrt{\frac{W_{diss}}{\pi \gamma_1 \omega}}}. \quad (3.86)$$

Она также обозначает минимальную амплитуду колебаний возможную при данном уровне потерь W_{diss} .

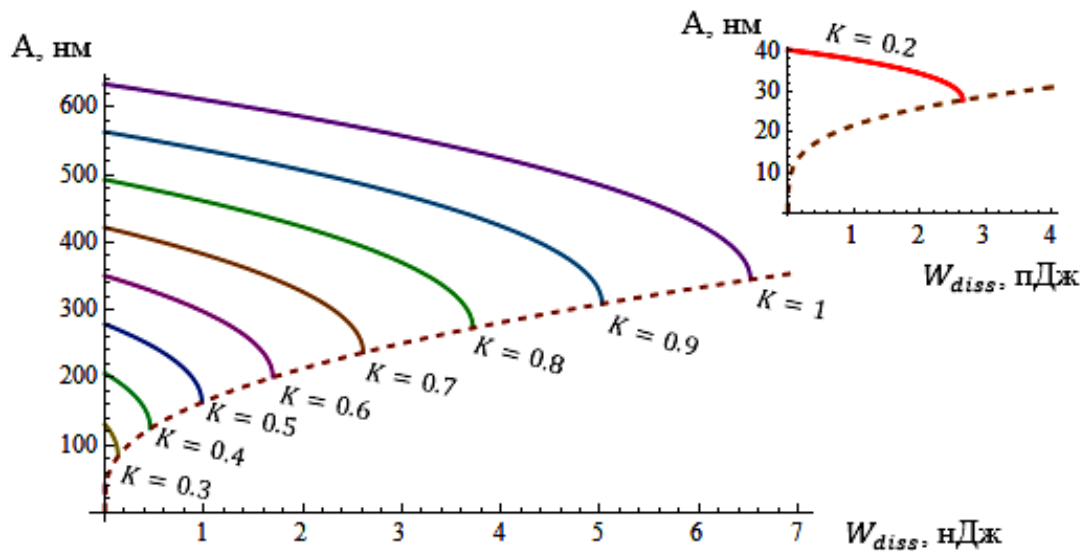


Рисунок 3.18 – Зависимость уровня амплитуды колебаний от величины привнесенных потерь W_{diss} .

Приведенный график зависимости амплитуды от теряемой за один цикл энергии может быть использован для оценки значимости потерь при различных уровнях запаса по усилению. С другой стороны, в уравнение (3.66) входит именно компонента Fs , поэтому представляется целесообразным также привести зависимость амплитуды именно от этого параметра. Соответствующие зависимости $A(Fs)$ для различных значений параметра K приведены на рисунке 3.19.

Данная зависимость может быть использована для оценки значимости различных диссипативных сил для параметров колебаний зонда.

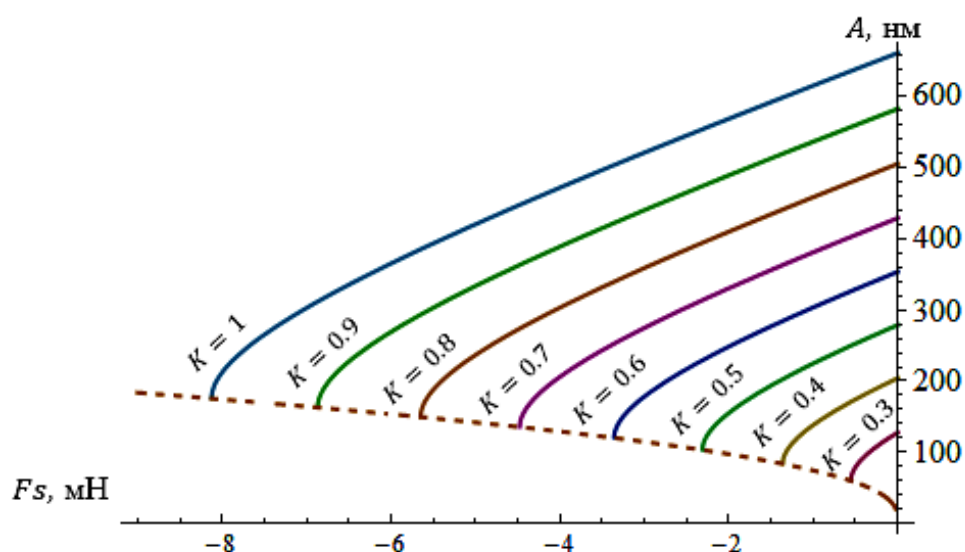


Рисунок 3.19 – Зависимость амплитуды колебаний от усредненной силы Fs_1 для различных значений коэффициента K .

Таким образом в данном разделе рассмотрены три важные задачи, касающиеся поведения пьезорезонансного зонда в составе автогенераторного тракта:

- проанализировано колебательное поведение пьезокерамического камертонного зонда и установлена взаимосвязь геометрических, механических и пьезоэлектрических свойств материала камертона с резонансной частотой и электрическими характеристиками получающегося из него пьезорезонансного зонда. В результате были получены аналитические зависимости для сигналов возбуждения и отклика пьезорезонансного зонда, используемого в приборах «НаноСкан»;

- рассмотрено поведение тракта самовозбуждения автоколебаний и получены укороченные уравнения, позволяющие вычислять установившиеся значения амплитуды и частоты зонда. Показано, что частота автоколебаний практически мгновенно (за время одного

периода) реагирует на изменение резонансных свойств зонда, вызванных контактом острия с поверхностью. При этом скорость изменения амплитуды автоколебаний зависит от уровня возбуждения автогенераторного тракта и добротности нагруженного зонда. Амплитуда всегда реагирует на изменение уровня контакта острия с поверхностью медленнее, чем частота, это объясняет тот исторический факт, что основным режимом получения рельефа поверхности в приборах «НаноСкан» является режим сканирования с поддержанием заданного сдвига резонансной частоты пьезорезонансного зонда.

- получены аналитические зависимости, связывающие изменение амплитуды и сдвиг частоты автоколебаний пьезорезонансного зонда с характеристиками тракта возбуждения, приведенными потерями и изменениями контактной жесткости.

Полученные результаты, совместно с основной особенностью автогенераторного возбуждения – возможностью разделить консервативную и диссипативную составляющие в силе взаимодействия острия зонда с поверхностью исследуемого материала, говорят о перспективности такого способа использования гибридного резонансного зонда. Фактически частота и амплитуда установившихся колебаний становятся независимыми измеряемыми величинами, и их совместная обработка позволяет получить дополнительную информацию о свойствах исследуемого материала или параметрах кончика зонда.

3.7 Амплитудные и фазовые шумы измерительного автогенератора, оценка ширины его спектральной линии и их влияние на метрологические возможности резонансного зонда

Задача анализа шумов автогенераторов рассмотрена в ряде работ [144–147]. Однако в каждом конкретном случае необходим детальный анализ этой проблемы с учетом источников шума и конкретного вида нелинейности, присутствующей в тракте автогенератора и приводящей к ограничению амплитуды колебаний и взаимному влиянию теплового шума и генерируемого сигнала. В случае пьезорезонансного датчика основной источник шума обусловлен шумами используемой электроники и в основном определяется шумами предусилителя. Исходя из этих допущений и следуя традиционному подходу, добавляем источник шума в тракт автогенератора. Собираение всех внутренних шумов в одну точку является стандартным приемом. Кроме напряжения шума в общем случае необходимо учитывать шумовой ток, в данной ситуации его влияние существенно ниже влияния шумового напряжения. Это обусловлено достаточно большой величиной электрической емкости

пьезокерамического зонда и как следствие не слишком большой величиной резистора обратной связи в трансимпедансном предусилителе.

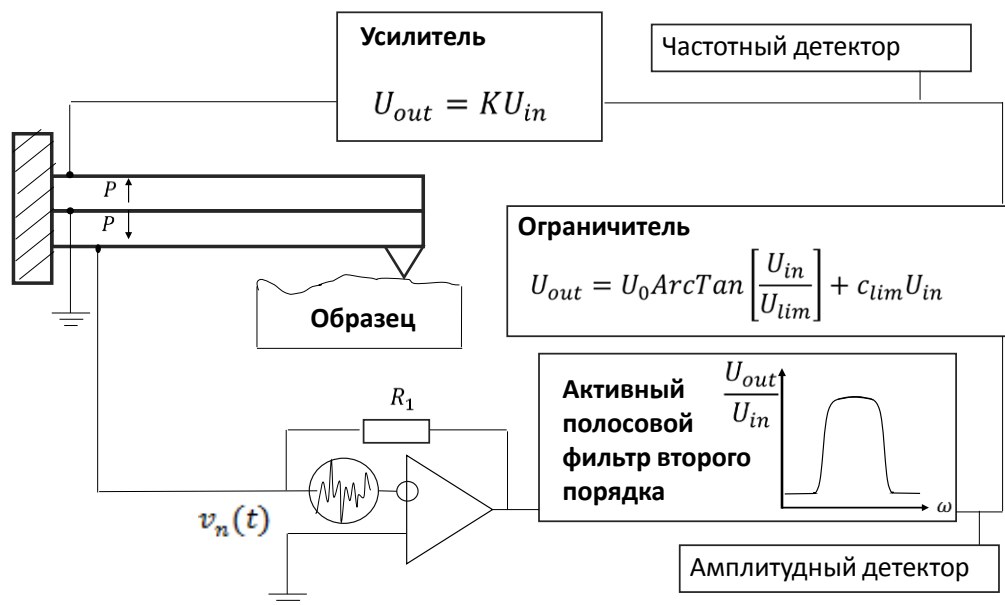


Рисунок 3.20 – Схематическое изображение автогенераторной цепи с учетом источника шума.

Уравнение колебаний для такой схемы самовозбуждения получается аналогично выкладкам (3.55) с учетом вида напряжения U , учитывающего шумы, принимает вид:

$$U(t) = K \left(U_0 \arctan \left(\frac{U_f(-I(t)R_1 + v_n(t))}{U_{lim}} \right) + c_{lim} U_f(-I(t)R_1 + v_n(t)) \right). \quad (3.87)$$

где $v_n(t)$ – источник белого шума; тепловыми шумами резисторов и влиянием емкости зонда на вид АЧХ схемы (полагаем, что $R_1 C_z \omega_0 < 1$) в данном рассмотрении пренебрегаем. С учетом данных предположений уравнение (3.55) принимает вид:

$$m\ddot{z} + \gamma_0 \dot{z} + k_0 z = \alpha K \left(U_0 \arctan \left(\frac{\beta R_1 \dot{z} + v_n(t)}{U_{lim}} \right) + c_{lim} (\beta R_1 \dot{z} + v_n(t)) \right) + F(z, \dot{z}). \quad (3.88)$$

Далее будем рассматривать влияние шумов в отсутствие внешней силы ($F(z, \dot{z}) = 0$), то есть в свободном состоянии, без контакта острия индентора с поверхностью материала.

При анализе шумов важна степень возбуждения колебаний зонда, то есть уровень ограничения в тракте автогенерации, поскольку при высоких уровнях ограничения их влияние оказывается пренебрежимо малым. При слабой степени возбуждения зонда ($\frac{\beta R_1 \dot{z} + v_n}{U_{lim}} \ll 1$) в этом случае уравнение (3.88) принимает вид:

$$m\ddot{z} + \left(\gamma_0 - \alpha K \beta R_1 \left(\frac{U_0}{U_{lim}} + c_{lim} \right) \right) \dot{z} + k_0 z = \alpha K v_n(t) \left(\frac{U_0}{U_{lim}} + c_{lim} \right). \quad (3.89)$$

Аналогично рассмотрению, приведенному в [144], представим колебания $z(t)$ в виде собственных колебаний $z_f(t)$ (заданных уравнением (3.61)) и шумового слагаемого $z_n(t)$:

$$z(t) = z_f(t) + z_n(t),$$

в предположении малости шумовой компоненты ее можно представить в виде синфазной и квадратурной с генерируемым сигналом компонент:

$$z_n(t) = -A(a_n(t)\cos(\omega_0 t) + \psi_n(t)\sin(\omega_0 t)). \quad (3.90)$$

В таком случае, следуя [144], для шумовой компоненты получаем равенство:

$$m\ddot{z}_n + \left(\gamma_0 - \alpha K \beta R_1 \left(\frac{U_0}{U_{lim}} + c_{lim} \right) \right) \dot{z}_n + k_0 z_n = \alpha K v_n(t) \left(\frac{U_0}{U_{lim}} + c_{lim} \right), \quad (3.91)$$

вводя обозначения

$$\gamma_1 = \gamma_0 - \alpha K \beta R_1 \left(\frac{U_0}{U_{lim}} + c_{lim} \right), \quad (3.92)$$

и

$$v_A = \alpha K \left(\frac{U_0}{U_{lim}} + c_{lim} \right), \quad (3.93)$$

получаем для спектральной плотности мощности шумового напряжения выражение:

$$S_n(\omega) = \frac{v_A^2 S_v / \omega^2}{\gamma_1^2 \left(1 + Q_0^2 \left(\frac{\omega}{\omega_0} - \frac{\omega_0}{\omega} \right)^2 \right)}, \quad (3.94)$$

где Q_0 определено равенством: $Q_0 = \frac{\sqrt{km}}{|\gamma_1|}$.

Перейдем от электрических величин к механическим и получим оценку спектральной плотности амплитуды шумовых колебаний индентора, находящегося на кончике зонда $S_z(\omega)$. Используем для этого приведенные выше оценки параметров камертонного зонда: $\alpha \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{H}}{\text{B}}$, $\beta \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{H}}{\text{B}}$, $c_{lim} \sim 0.5$, $R_1 \sim 35 \text{ кОм}$, $\omega \sim 11.3 \text{ кГц} \cdot 2\pi$, $\gamma_0 \sim 0.37 \text{ Н} \cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$, $U_{lim} \sim 0.2 \text{ В}$, $U_0 \sim 7.1 \text{ В}$, $k_0 \sim 1.5 \cdot 10^5 \frac{\text{H}}{\text{м}}$, $m = 2.25 \cdot 10^{-5} \text{ кг}$ получаем: $\gamma_1 = 0.17 \text{ Н} \cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$, $Q_0 \sim 11$. Для начального участка усиления выберем $K \sim 0.1$ (см. раздел 3.6), что соответствует достаточно высокому уровню возбуждения и заметному ограничению сигнала в тракте автогенерации и внешней

добротности близкой к собственной. Спектральную плотность S_v примем равной $100 \text{ нВ}^2/\text{Гц}$. Для приведенных значений параметров вид кривой S_n в зависимости от f представлен на рисунке 3.21.

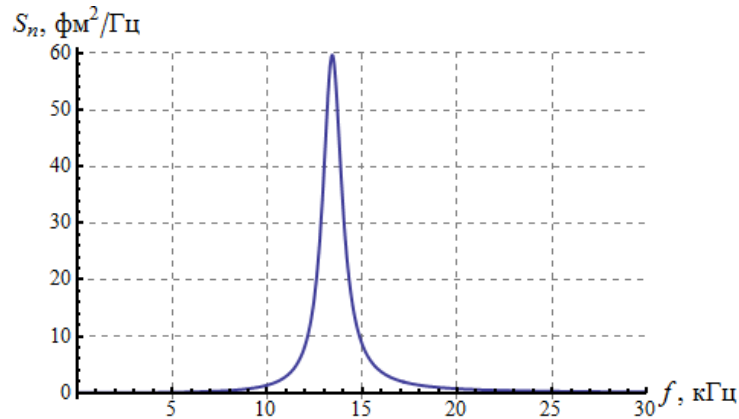


Рисунок 3.21 – Спектральная плотность мощности шумовой компоненты.

Площадь под данной кривой определяет среднеквадратическое значение шумовой амплитуды колебаний кончика зонда. Ее значение при указанных параметрах оказывается равным $\xi=0,5$ пм. Таким образом, типичные рабочие амплитуды, используемые в приборах семейства «НаноСкан», (1-100) нм оказываются на много порядков больше уровня собственных колебательных шумов зонда и влияние фундаментальных шумов на метрологические возможности прибора оказывается крайне незначительным. Аналогичная ситуация наблюдается и для вклада тепловых шумов в колебания зонда, как чисто механической системы. По теореме о равномерном распределении из соотношения $0.5kT=0.5k_0\xi^2$ получаем, что не связанные с электрическим трактом шумы будут еще меньше, $\xi=0,01$ и могут не учитываться при анализе шумов автогенератора с пьезокерамическим зондов в качестве частото задающего элемента. При реальной работе таких зондов в составе СЗМ основное влияние оказывают технические факторы, ограничивающие точность удержания заданного уровня сдвига по частоте или амплитуде автоколебаний.

Следуя [144], шумы можно разбить на две части: спектральную плотность относительного амплитудного и фазового шума:

$$S_{a_n}(\omega) = \frac{v_A^2 S_v / \omega^2}{2\gamma_1^2 \left(1 + Q_0^2 \left(\frac{\omega - \omega_0}{\omega_0}\right)^2\right)}, \quad (3.95)$$

$$S_{\psi_n}(\omega) = \frac{v_A^2 S_i / \omega^2}{2Q_0^2 \gamma_1^2 \left(\frac{\omega - \omega_0}{\omega_0}\right)^2}. \quad (3.96)$$

Графики типичных зависимостей для зондов, используемых в приборах «НаноСкан» при рабочих уровнях возбуждения, приведены на рисунке 3.18.

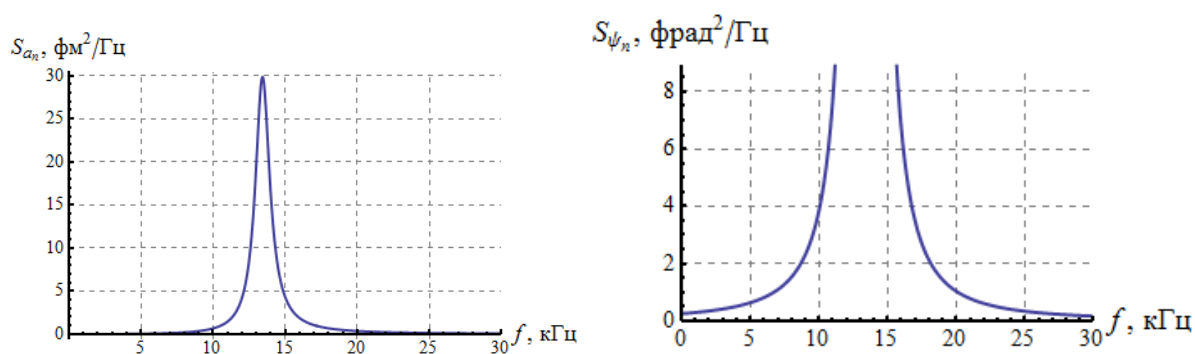


Рисунок 3.22 – Спектральная плотность амплитудного и фазового шума для типичного режима работы прибора «НаноСкан».

Уход спектральной плотности фазового шума в бесконечность на частоте автоколебаний приводит к фундаментальным ограничениям на точность измерения частоты автогенерации и, как следствие, точность удержания сдвига частоты при сканировании и измерения частоты автогенерации при снятии кривых подвода. При использовании резонансного зонда в системе регулирования контроль уровня прижима происходит по сдвигу частоты автоколебаний, уровень частотного шума которой связан с фазовыми шумами.

Флуктуации фазы сигнала можно интерпретировать как отдельный вклад в шумы сигнала автогенератора. В этом случае влияние флуктуаций фазы приводит к следующему виду спектральной линии автогенератора:

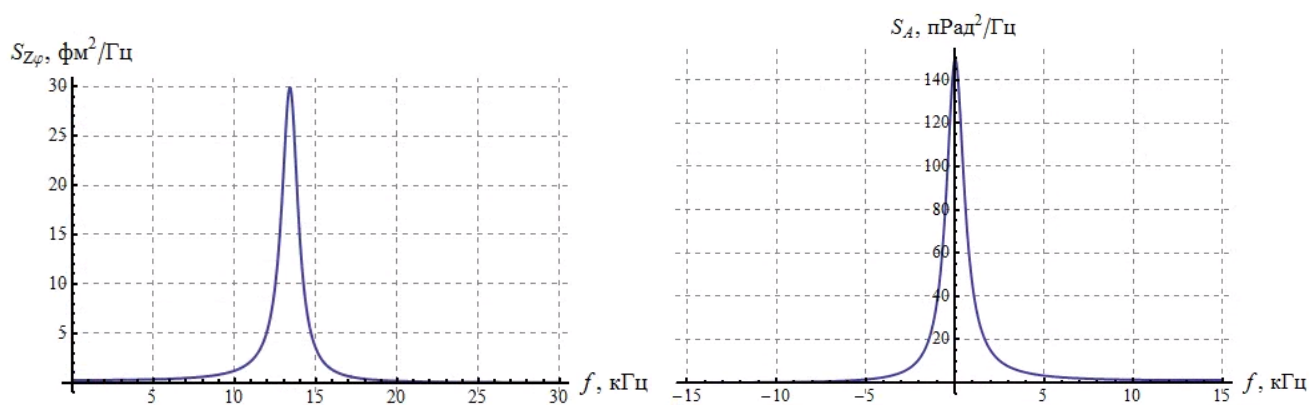


Рисунок 3.23 – Спектральная плотность флуктуаций амплитуды, обусловленная фазовыми шумами для типичного режима работы прибора «НаноСкан».

Такой подход приводит к следующей оценке для спектральной плотности фазовых шумов

$$S_{\varphi}(\omega - \omega_0) = \frac{1}{8A_0^2 \gamma_1^2} \frac{v_A^2 S_{\psi} / \omega^2}{\left(1 + Q_0^2 \left(\frac{\omega}{\omega_0} - \frac{\omega_0}{\omega}\right)^2\right)}. \quad (3.97)$$

Резкое падение такого рода шума с ростом амплитуды сигнала автогенератора соответствует реальной измерительной ситуации, когда ошибка в измерении фазы сигнала определяется отношением уровня шума к амплитуде сигнала.

Уменьшение уровня возбуждения в тракте, то есть близость к порогу возбуждения, когда $\gamma_1 = \gamma_0 - \alpha K \beta R_1 \left(\frac{U_0}{U_{lim}} + c_{lim} \right)$ лишь немного отличается от нуля, приводит к резкому росту как фазовых, так и амплитудных шумов. Для проверки данных расчета с использованием наноиндентационного модуля, входящего в состав зондовой нанолaborатории «Интегра Прима», было проведено исследование уровня шумов в тракте амплитудного и частотного детектора как функций амплитуды установившихся автоколебаний.

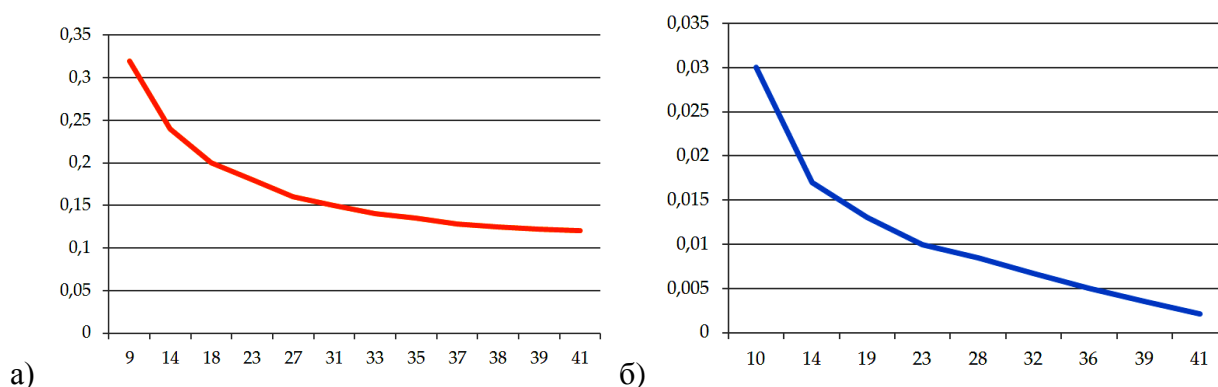


Рисунок 3.24 – Зависимость шума в частотном (а) и амплитудном (б) каналах от уровня возбуждения (шумы по частоте в Гц, амплитуда шума и колебаний в нм).

Типичные зависимости шума в каналах амплитуды и частоты представлены на рисунке 3.25. Хорошо видно, что в амплитудном канале достаточно сильно выражены низкочастотные составляющие в спектре, обусловленные техническими вариациями амплитуды установившихся колебаний.

Полученные экспериментальные данные подтверждают необходимость работы при достаточно высоком уровне возбуждения в тракте автогенератора и указывают на превалирующий характер технических вариаций над фундаментальными шумами. Данное требование находится в конфликте с условием неразрушающего сканирования (глава 7 данной диссертации), поэтому детальный анализ частотных шумов и выбор оптимальной амплитуды колебаний зонда при сканировании являются взаимосвязанными процессами.

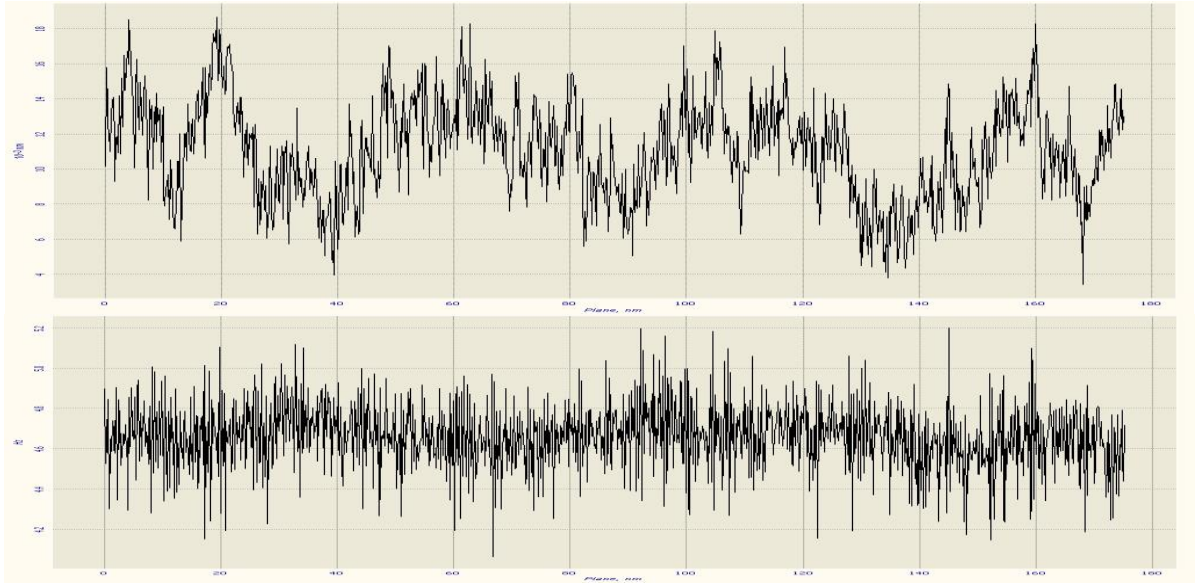


Рисунок 3.25 – Временные зависимости шумов в канале измерения амплитуды и частоты, полученные с использованием программы NOVA ЗНЛ «Интегра Прима».

Для достаточно большого уровня возбуждения в тракте автогенерации при использовании типичного пьезокерамического зонда для амплитуды колебаний 10 нм получаем следующие простые соотношения для относительных амплитудных и фазовых шумов:

$$\overline{S_a[\omega - \omega_0]} = \frac{10^{-25}}{\left(1 + \frac{Q_0^2(\omega - \omega_0)^2}{\omega_0^2}\right)}, \quad (3.98)$$

$$\overline{S_\psi[\omega - \omega_0]} = 10^{-27} / \left(\frac{(\omega - \omega_0)^2}{\omega_0^2}\right). \quad (3.99)$$

Для оценки фундаментальной ширины линии автогенератора, а значит и шумов по каналу частоты автоколебаний обычно используют немного другой подход, позволяющий избежать работы с бесконечной плотностью фазовых шумов, учитывающий взаимодействие шумов и генерируемого сигнала на нелинейном элементе и дающий реальную оценку ширины и спектрального вида линии автогенератора [145].

Снова рассмотрим уравнение свободных колебаний зонда при наличии источника шума:

$$m\ddot{z} + \gamma_0\dot{z} + k_0z = \alpha K \left(U_0 \arctan\left(\frac{\beta R_1\dot{z} + v_n(t)}{U_{lim}}\right) + c_{lim}(\beta R_1\dot{z} + v_n(t)) \right). \quad (3.100)$$

В предположении малости амплитуды шума:

$$v_n(t) \ll U_{lim}, \quad (3.101)$$

с учетом слагаемых первого порядка малости получаем:

$$m\ddot{z} + \gamma_0\dot{z} + k_0z = \alpha K \left(U_0 \left(\arctan \left(\frac{\beta R_1 \dot{z}}{U_{lim}} \right) + \frac{\frac{v_n(t)}{U_{lim}}}{1 + \left(\frac{\beta R_1 \dot{z}}{U_{lim}} \right)^2} \right) + c_{lim}(\beta R_1 \dot{z} + v_n(t)) \right). \quad (3.102)$$

Из данного уравнения видно, что в дополнение к белому шуму появляется слагаемое, обусловленное амплитудно-модулированным шумом. Для упрощения рассмотрения предположим, что уровень колебаний недостаточно высок и выполняется соотношение:

$$\left(\frac{\beta R_1 \dot{z}}{U_{lim}} \right)^2 \ll 1. \quad (3.103)$$

Заметим, что данное условие является более мягким, чем условие $\frac{\beta R_1 \dot{z}}{U_{lim}} \ll 1$, поэтому, не требуя последнего, оставим нелинейность, связанную с арктангенсом. В таком случае уравнение (3.102) принимает вид:

$$m\ddot{z} + \gamma_0\dot{z} + k_0z = \alpha K \left(U_0 \left(\arctan \left(\frac{\beta R_1 \dot{z}}{U_{lim}} \right) + \frac{v_n(t)}{U_{lim}} \right) + c_{lim}(\beta R_1 \dot{z} + v_n(t)) \right), \quad (3.104)$$

или

$$m\ddot{z} + \gamma_0\dot{z} + k_0z = \alpha K \left(U_0 \arctan \left(\frac{\beta R_1 \dot{z}}{U_{lim}} \right) + c_{lim}\beta R_1 \dot{z} \right) + \alpha K \left(\frac{U_0}{U_{lim}} + c_{lim} \right) v_n(t). \quad (3.105)$$

Введем обозначения и новые функции: $\omega_0 = \sqrt{k_0/m}$, $t' = \omega_0 t$, $c = \frac{\alpha K U_0}{m \omega_0^2}$, $z_{lim} = \frac{U_{lim}}{\beta R_1 \omega_0}$,

$$\gamma_1 = \left(\frac{\gamma_0}{\omega_0 m} - c_{lim} \omega_0 \beta R_1 \frac{\alpha K}{m \omega_0^2} \right), \quad x(t) = z(t)/c, \quad F_n(t) = v_n(t) \frac{\alpha K}{m \omega_0^2} \frac{\left(\frac{U_0}{U_{lim}} + c_{lim} \right)}{c}.$$

Тогда уравнение (3.105) примет вид:

$$\ddot{x} + \gamma_1 \dot{x} + x - \arctan \left(\dot{x} \frac{c}{z_{lim}} \right) = F_n(t). \quad (3.106)$$

Решение данного уравнения аналогично задаче, решенной в [145]. Представим сигнал $x(t')$ в виде:

$$x(t') = r(t') \cos(t' + \varphi(t')), \quad (3.107)$$

где $r(t')$ и $\varphi(t')$ – медленные функции времени ($|\frac{\dot{r}(t')}{r(t')}| \ll 1$, $|\frac{\dot{\varphi}(t')}{\varphi(t')}| \ll 1$). Так, что с точностью до слагаемых первого порядка малости можно записать:

$$-2(r' \sin(u) + r\varphi' \cos(u)) - \gamma_1 r \sin(u) + \arctan\left(\frac{cr}{z_{lim}} \sin(u)\right) = F_n, \quad (3.108)$$

где введено дополнительное обозначение $u = t' + \varphi$. Также, следуя [145], оставим только первую (n=1) Фурье гармонику в разложении нелинейного слагаемого, обусловленного арктангенсом. Тогда уравнение (3.108) принимает вид:

$$-r' \sin(u) - r\varphi' \cos(u) - \frac{\gamma_1 r}{2} \sin(u) + \frac{1}{cr} \left(-z_{lim} + \sqrt{c^2 r^2 + z_{lim}^2} \right) \sin(u) = \frac{F_n}{2}. \quad (3.109)$$

Представляя шумовую силу F_n также в виде ряда Фурье с учетом первой гармоники ($F_n = F_{||} \cos(t' + \varphi) + F_{\perp} \sin(t' + \varphi)$), и приравнявая слагаемые перед $\sin(u)$ и $\cos(u)$ к нулю получаем систему уравнений:

$$\begin{cases} r' = \frac{1}{cr} \left(-z_{lim} + \sqrt{c^2 r^2 + z_{lim}^2} \right) - \frac{\gamma_1 r}{2} - \frac{F_{\perp}}{2} \\ \varphi' = -\frac{F_{||}}{2r} \end{cases} \quad (3.110)$$

Обозначим

$$R = \frac{1}{cr} \left(-z_{lim} + \sqrt{c^2 r^2 + z_{lim}^2} \right) - \frac{\gamma_1 r}{2}. \quad (3.111)$$

Как следует из [145] вероятностное распределение w для данной системы определяется выражением:

$$w = C_0 r e^{\frac{2}{B} \int_0^r R dr}, \quad (3.112)$$

или

$$w = C_0 r e^{-\frac{r^2 \gamma_1}{2B} + \frac{2}{B} \left(\frac{z_{lim}}{c} \sqrt{r^2 + \frac{z_{lim}^2}{c^2}} \right)} \left(\frac{1}{2} + \frac{1}{2} \sqrt{1 + \frac{c^2 r^2}{z_{lim}^2}} \right)^{-\frac{2z_{lim}}{Bc}}. \quad (3.113)$$

Причем постоянная C_0 находится из условия нормировки:

$$\int_0^{2\pi} d\varphi \int_0^{\infty} w dr = 1. \quad (3.114)$$

Обозначим через ρ отклонение амплитуды r от стационарного решения ($r_0 = \frac{2\sqrt{c-y_1 z_{lim}}}{\sqrt{c}y_1}$) данной системы:

$$\rho = r + \frac{2\sqrt{c-y_1 z_{lim}}}{\sqrt{c}y_1}. \quad (3.115)$$

Считая данное отклонение малым по сравнению с амплитудой ($\rho \ll r$), и линеаризуя (3.110) получаем систему:

$$\begin{cases} \rho' = \frac{\gamma_1(-c+\gamma_1 z_{lim})}{2c-\gamma_1 z_{lim}} \rho - \frac{F_{\perp}}{2} \\ \varphi' = -\frac{F_{\parallel}}{2r_0} \end{cases}. \quad (3.116)$$

Вводя параметр

$$p = -\frac{\gamma_1(-c+\gamma_1 z_{lim})}{2c-\gamma_1 z_{lim}}, \quad (3.117)$$

получаем систему

$$\begin{cases} \rho' + p\rho = -\frac{F_{\perp}}{2} \\ \varphi' = -\frac{F_{\parallel}}{2r_0} \end{cases}. \quad (3.118)$$

В соответствии с [145] для данной системы в случае δ – коррелированного белого шума с дисперсией C_F :

$$\overline{F(\theta_1)F(\theta_2)} = 2C_F\delta(\theta_1 - \theta_2), \quad (3.119)$$

имеют места равенства:

$$\overline{\rho^2} = \frac{C_F}{4p}, \quad (3.120)$$

$$B = \frac{C_F}{2}. \quad (3.121)$$

Учитывая реальные параметры используемого резонансного зонда и тракта возбуждения:

$$\overline{v(\theta_1)v(\theta_2)} = \left(2 * \pi * 10 * 10^{-9} \frac{B}{\text{рад/с}}\right)^2 * \delta(\theta_1 - \theta_2), \quad (3.122)$$

$$\overline{v(\theta_1)v(\theta_2)} = 4 * 10^{-15} \left(\frac{B}{\frac{\text{рад}}{c}}\right)^2 \delta(\theta_1 - \theta_2), \quad (3.123)$$

$$C_v = 4 * 10^{-15} \left(\frac{B}{\text{рад/с}}\right)^2, \quad (3.124)$$

$$\sqrt{dz^2} = c\sqrt{\rho^2}, \quad (3.125)$$

$$z_0 = cr_0, \quad (3.126)$$

$$C_F = C_v\omega_0 \left(\frac{\alpha K \left(\frac{U_0}{U_{lim}} + c_{lim} \right)}{m\omega_0^2 c} \right)^2 = C_v\omega_0 \left(\frac{1}{U_{lim}} + \frac{c_{lim}}{U_0} \right)^2. \quad (3.127)$$

Получаем полуширину полосы (в безразмерном виде)

$$\frac{B}{p} = \frac{mC_v\omega_0^2(U_0+c_{lim}U_{lim})^2(2KR_1U_0\alpha\beta+c_{lim}KR_1U_{lim}\alpha\beta-U_{lim}\gamma_0)}{2U_0^2U_{lim}^2(\gamma_0-c_{lim}KR_1\alpha\beta)(KR_1U_0\alpha\beta+c_{lim}KR_1U_{lim}\alpha\beta-U_{lim}\gamma_0)}. \quad (3.128)$$

Подставляя типичные для используемых зондов значения параметров (приведены в предыдущем разделе и ранее) получаем следующие зависимости (рисунки 3.26, 3.27).

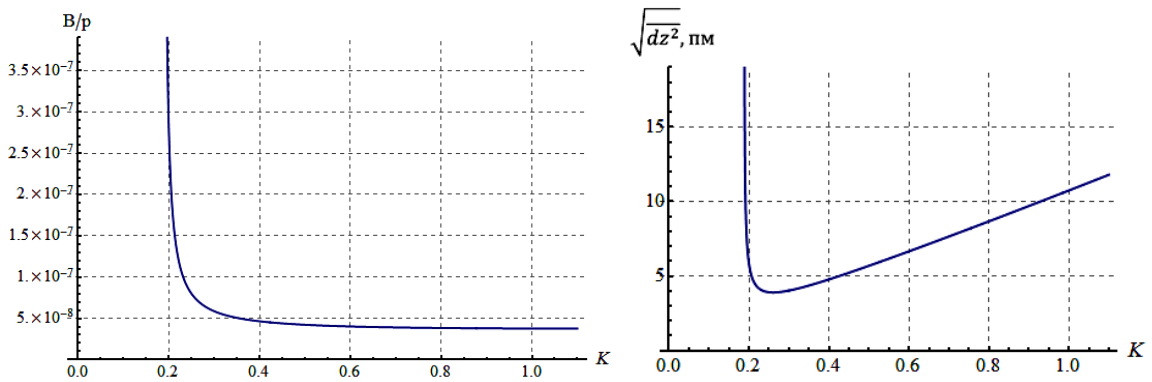


Рисунок 3.26 – Зависимости относительной ширины спектральной линии и флуктуаций амплитуды автоколебаний от уровня ограничения в тракте усиления сигнала.

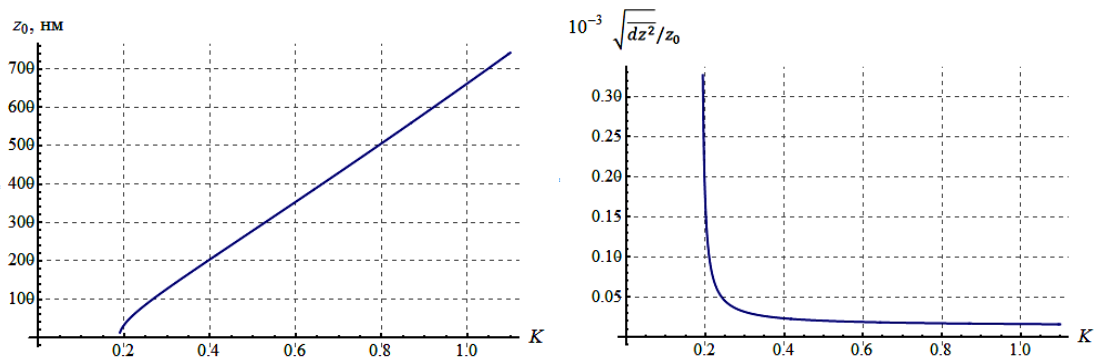


Рисунок 3.27 – Зависимость амплитуды установившихся колебаний от уровня ограничения и относительная величина флуктуаций в амплитудном канале.

Для уровня возбуждения близкого к пороговому ($K = 0.2$) получаем следующие

численные оценки $\frac{B}{p} = 2.78 \cdot 10^{-7} \sqrt{dz^2} = c \sqrt{\rho^2} \sqrt{dz^2} = 6 \text{ пм} \sqrt{d\varphi^2} = \frac{B}{p} \omega_0 t \frac{\sqrt{d\varphi^2}}{t} = \frac{B}{p} \omega_0 =$
 $3 \text{ МГц} \quad A = c r_0 = 34 \text{ нм}.$

Таким образом, оба подхода [144] и [145] дают близкие оценки уровня фазового, частотного и амплитудного шумов, и указывают на достаточно низкий уровень фундаментальных шумов, свойственных автогенераторному режиму работы резонансного зонда. Этот результат подтверждает перспективность такого рода зондов для использования сканирующей зондовой микроскопии.

Метрологические возможности рассматриваемого в данной работе гибридного резонансного зонда определяются не только характеристиками автогенераторного способа съема информации о его физических параметрах, но и входящим в конструкцию прибора оптическом датчиком силы, измеряющем усилие прижима острия индентора к исследуемой поверхности. В этом датчике в качестве элемента, преобразующего силу в смещение, используется зонд в целом. Камертон, изгибаясь под действием приложенной силы, одной из веточек перекрывает щель, просвечиваемую ИК излучением, и по величине регистрируемого светового потока осуществляется измерение силы прижима.

Особая конструкция пьезорезонансного зонда, используемая в «НаноСкан», потребовала разработки специальной конструкции оптического датчика, контролирующего изгиб зонда. Датчик силы является съемным и открытым элементом конструкции, поэтому использование емкостных схем контроля его изгиба представляется затруднительным. Напротив, стандартная схема щелевого оптического датчика перемещений, реализованная в дифференциальном варианте, позволила создать технологичную конструкцию, удовлетворяющую типичным требованиям к разрешению по силе для наноинденторов. Использование двух каналов: рабочего и балансирующего – позволило ограничить величину рабочего сигнала, поступающего на вход усилителя фототока и использовать рабочие зазоры, существенно превышающие рабочий ход датчика силы.

Использование светового излучения в качестве инструмента регистрации перемещений имеет свою специфику. Любому световому потоку свойственен характерный дробовой шум I_n , который в терминах фототока может быть представлен формулой Шотки:

$$(I_n)^2 = 2eI_0 \Delta F, \quad (3.129)$$

где e – заряд электрона, I_0 – фототок, ΔF – полоса рабочих частот.

Таким образом, учитывая, что для щелевого датчика $\Delta I = I_0 \cdot \Delta d / d$, для минимально регистрируемого смещения кончика зонда в дифференциальной схеме, когда шумы света регистрируются в обоих каналах, а измеряемому воздействию подвергается только один, получаем выражение:

$$(\Delta d / d)^2 = 4e \Delta F / I_0. \quad (3.130)$$

Из выражения (3.130) следует, что для обеспечения высокой чувствительности такого типа датчика необходимо использовать малошумящие источники светового излучения, обладающие достаточной мощностью. Для полосы рабочих частот 300 Гц при размере рабочей щели 100 мкм и желаемом разрешении по смещению кончика зонда 1 нм требуемый фототок должен быть не менее 3 мкА, что с учетом квантовой эффективности и запаса в 6 дБ приводит к световой мощности 10 мкВт на каждом из фотоприемников. Использование в качестве источников света компактных инфракрасных светодиодов позволяет легко достичь требуемого уровня световой мощности и даже превысить его минимум на порядок при использовании светодиодов с максимальной излучаемой мощностью в несколько десятков мВт.

Работая со светом, далеко не всегда удастся достичь уровня дробового шума, различные факторы, включая фликер шум, обычно затрудняют получение требуемого динамического диапазона регистрируемых сигналов. Для устранения влияния такого рода шумов и флуктуаций фоновой засветки в «НаноСкан» используется световой поток, модулированный по амплитуде на частоте несколько десятков кГц, узкополосный селективный фильтр и синхронный детектор, обеспечивающие хорошую отстройку от возможных помех.

Одним из условий достижения уровня дробового шума является использование достаточно высокоомных резисторов в цепи отрицательной связи входных трансимпедансных усилителей фототока. Условия на величину данного резистора достаточно простое и оно получается из формулы Шотки для дробового шума и формулы Найквиста для теплового, если мы потребуем, чтобы тепловой шумовой ток был меньше суммарного дробового $4eI_0 \Delta F > 4kT \Delta F / R$, откуда получаем простое требование на резистор определяющий коэффициент преобразования фототока в напряжение.

$$RI_0 > kT / e. \quad (3.131)$$

Подставив численные значения, получаем: $RI_0 > 0,03 \text{ В}$.

Что для упомянутого выше уровня фототока 3 мкА, приводит к величине резистора $R > 10 \text{ кОм}$, что вполне типично для схем на операционных усилителях. В реальных схемах для

повышения уровня сигнала на выходе преобразователя фототока напряжения можно использовать резисторы величиной сотни кОм без значимого сужения полосы рабочих частот такого рода преобразователя.

Проведенные оценки показывают наличие достаточно жестких требований к щелевому датчику изгиба кончика зонда. При достижении в данном измерительном канале разрешения по смещению на уровне 0,1 нм можно ожидать разрешения по силе 1 мкН, при использовании датчика с эффективной жесткостью 10 кН/м и 0,1 мкН для зонда с жесткостью 1 кН/м. При реализации такого рода оптических датчиков силы особое внимание следует уделять качеству используемых светодиодов и отсутствию шумовой компоненты в токе, питающем светодиоды. Поскольку этот датчик относится к типу параметрических, то любые паразитные шумы, присущие сигналу накачки (в нашем случае световому потоку), проявятся в регистрируемом оптическом сигнале и могут существенно ухудшить разрешение датчика по перемещению и соответственно силе. В данном канале используется 16 разрядный АЦП и соответственно динамический диапазон регистрируемых величин не превышает 100 дБ, и типичное разрешение по смещению при индентировании и склерометрии составляет 0,2 нм.

Глава 4 Модели, описывающие изменение частоты колебаний зонда в процессе подвода острия индентора к поверхности

Одним из основных достоинств автогенераторной схемы возбуждения колебаний резонансного зонда является возможность метрологического разделения факторов, влияющих на амплитуду и частоту колебаний зонда. Таким образом, сканирующий нанотвердомер получает возможность контроля привнесенной жесткости и вязких потерь в ходе измерения рельефа поверхности и снятия кривых подвода. Высокая точность измерения амплитуды и частоты колебаний зонда делает возможным решение задачи определения по этим параметрам механических свойств исследуемого материала. Однако, в силу ряда обстоятельств, взаимосвязь измеряемых изменений частоты и амплитуды в ходе сканирования и снятия кривых подвода с физическими свойствами материала оказывается достаточно сложной и многопараметрической. Именно это обстоятельство потребовало детального анализа формы индентора и разработки физических моделей, позволяющих установить функциональные зависимости, связывающие измеряемые величины с физическими свойствами исследуемого материала. Результаты такого анализа и экспериментальной проверки моделей представлены в данной главе.

4.1 Анализ экспериментальных данных о форме острия индентора

Осуществление корректного анализа консервативных и диссипативных сил, возникающих в области контакта и влияющих на сдвиг резонансной частоты и падение амплитуды колебаний пьезорезонансного зонда, предполагает исследование формы алмазных инденторов, используемых в приборах «НаноСкан».

Инденторы, используемые при инструментальном индентировании, обычно выполняют в форме пирамиды Берковича. Однако реальная форма, полученная при огранке, не совпадает с идеальной: углы между сторонами и высотой пирамиды отличаются от требуемой величины, кончик пирамиды, как правило, сточен. Он не идеально острый и имеет конечную величину радиуса кривизны. Именно эта особенность и определяет нюансы взаимодействия зонда с поверхностью.

Кривизна кончика отличается у новых и бывших в употреблении инденторов. Для пьезокерамического зонда, используемого в приборах «НаноСкан», процедура замены индентора является рутинной и может быть осуществлена простой переклейкой алмазной пирамидки. При этом отслужившие свой срок инденторы допускают многократную переточку с

формированием новой острой пирамиды Берковича. Для выяснения типичных значений кривизны кончика индентора используют традиционные АСМ. Ниже приведены два изображения инденторов, бывших в употреблении различное время и имеющих существенно отличающиеся радиусы кривизны. Изображения получены на СЗМ «Интегра-Прима».

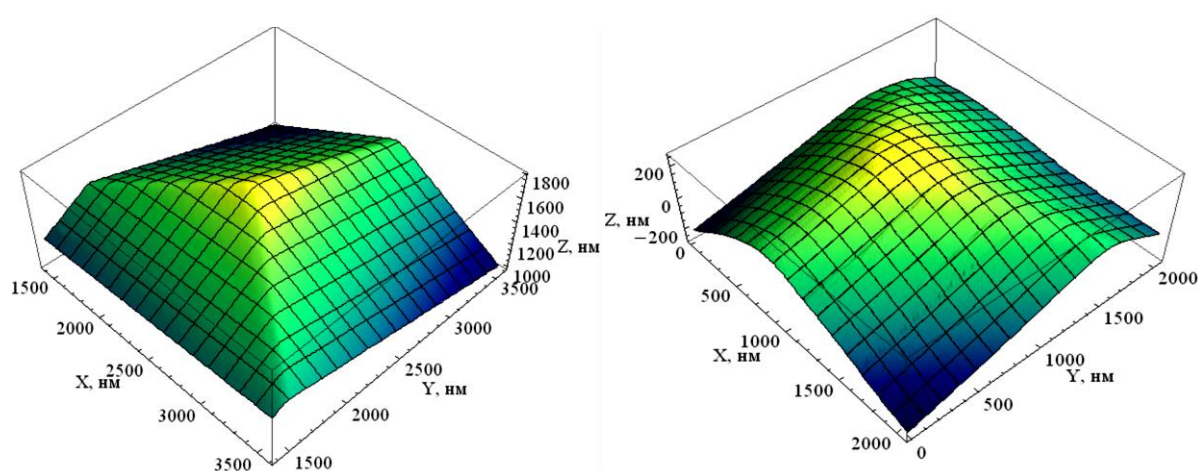


Рисунок 4.1 – Изображения инденторов с различной степенью износа.

Охарактеризовать инденторы можно с помощью Гауссовой кривизны их поверхности. Однако такой подход не информативен, поскольку измеренная форма содержит шумы, приводящие к тому, что вычисленные в рамках конечных разностей производные будут искажены, соответственно неверной окажется и оценка кривизны поверхности. Любая форма фильтрации, например, свертка измеренной формы с двумерным Гауссовым ядром так же искажает форму индентора. Кроме того, кривизна поверхности в каждой точке не является удобным описанием, поскольку в рассматриваемой задаче ключевой является оценка параметров сферы или параболоида, аппроксимирующих индентор на заданном удалении от его кончика.

Для интересующей нас характеристики формы кончика индентора в отсканированное изображение вписывались сферы при изменяющемся смещении их центра от кончика индентора (смещение центра сфер происходило вдоль направления, совпадающего с высотой пирамиды). В качестве параметра использовался h_{shift} – расстояние от наивысшей Z-координаты сферы до кончика отсканированного изображения. Зависимость радиуса вписанной в «острый» индентор сферы от расстояния до кончика пирамиды приведена на рисунке 4.2, в «тупой» – на рисунке 4.3.

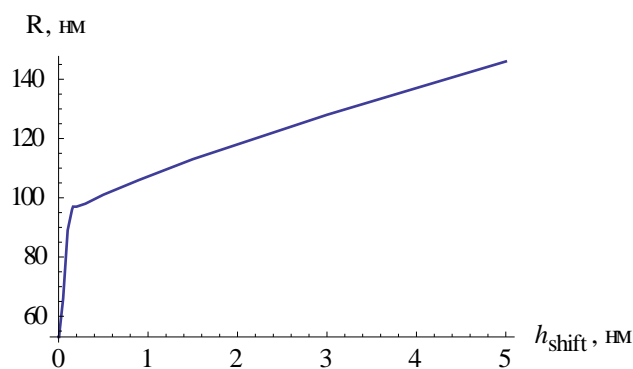


Рисунок 4.2 – Зависимость радиуса вписанной сферы от расстояния до кончика пирамиды для острого зонда.

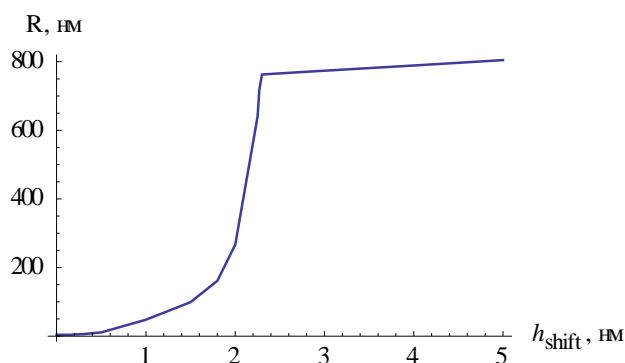


Рисунок 4.3 – Зависимость радиуса вписанной сферы от расстояния до кончика пирамиды для тупого зонда.

Область, соответствующая резкому росту радиуса вписанной сферы является переходной и получаемые в ней значения радиусов не имеют физического смысла, поскольку фактически эти зависимости указывают на степень шероховатости острия и неправильность его формы. Реальное вписывание сферы начинается с области монотонного роста радиуса как функции вершинного рассогласования. По мере выхода острия на пирамидальную форму радиус вписанной сферы будет линейно расти вместе с вершинной невязкой.

На рисунке 4.4 представлены примеры изображений сфер, вписанных в «острый» зонд, на рисунке 4.5 представлены примеры сфер, вписанных в «тупой» зонд.

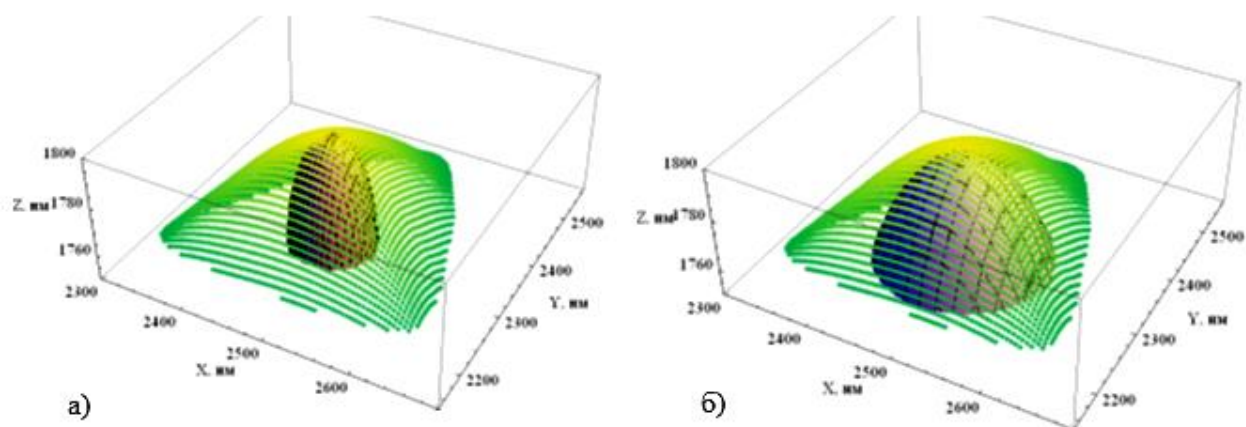


Рисунок 4.4 – Вписанные сферы в острый зонд ($R=53$ нм и $R=146$ нм).

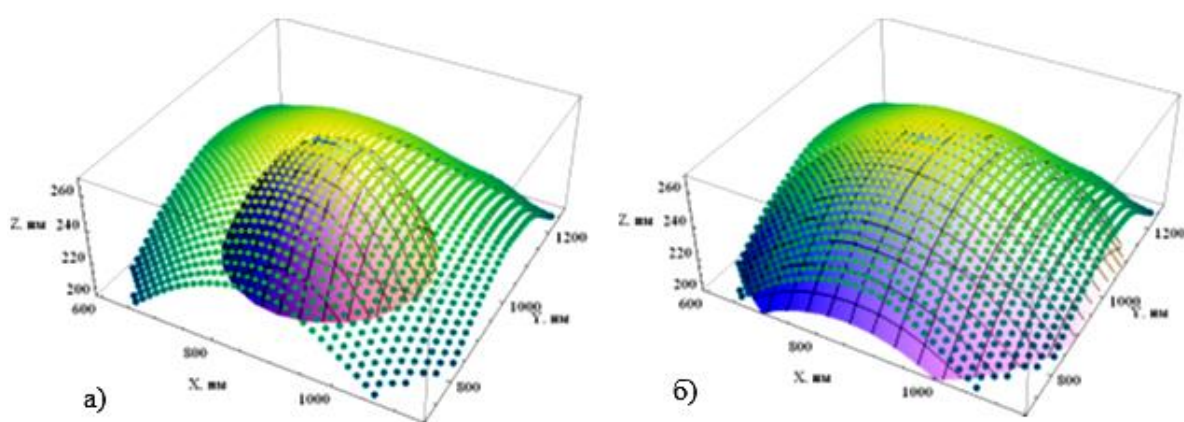


Рисунок 4.5 – Вписанные сферы в тупой зонд ($R=267$ нм и $R=800$ нм, для большей наглядности была изображена каждая 7 точка).

Из представленных данных можно сделать вывод, что для всех достаточно новых инденторов, при углублениях зонда в поверхность на расстояния большие, чем несколько ангстрем, величина радиуса кривизны зонда составляет $R \approx 100$ нм, однако, такое сферическое приближение для новых игл не совсем верно: как видно из рисунка 4.4 вписанная сфера радиусом 146 нм не достает до кончика 1.5 нм ($h_{shift} \sim 1.5$ нм согласно рис. 4.2) и в то же время при удалении на ~ 20 нм от кончика форма индентора становится пирамидальной и не описывается сферой. Таким образом, область глубин взаимодействия для такой модели должна быть больше 2 нм, но не должна превышать 20 нм.

В то же время, как это следует из рисунков 4.5 и 4.3, для долго работавших инденторов подобная аппроксимация является весьма эффективной, если глубина взаимодействия индентора с поверхностью образца находится в интервале от единиц до сотен нанометров.

Полученные оценки типичных радиусов кривизны индентора в форме пирамиды Берковича будут использоваться при дальнейшем анализе работы гибридных резонансных зондов.

Примеры более экзотических искажений формы индентора в виде плоской вершины и сколов приведены на рисунке 4.6. На этом же рисунке приведена фотография индентора Берковича рядом с индентором в форме угла куба, хорошо видно насколько типичный индентор близок к плоскому штампу.

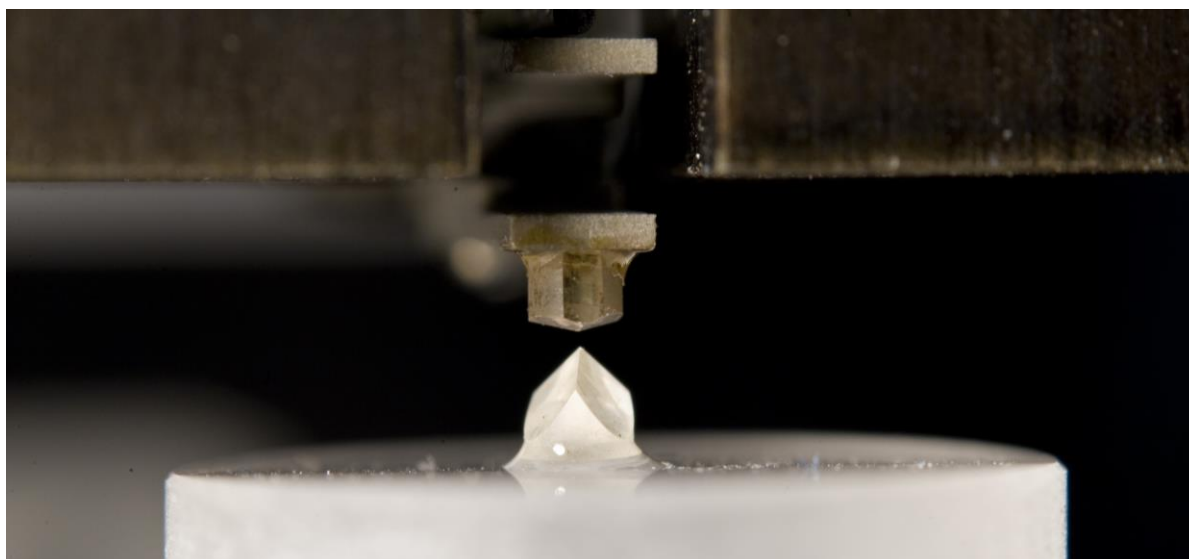
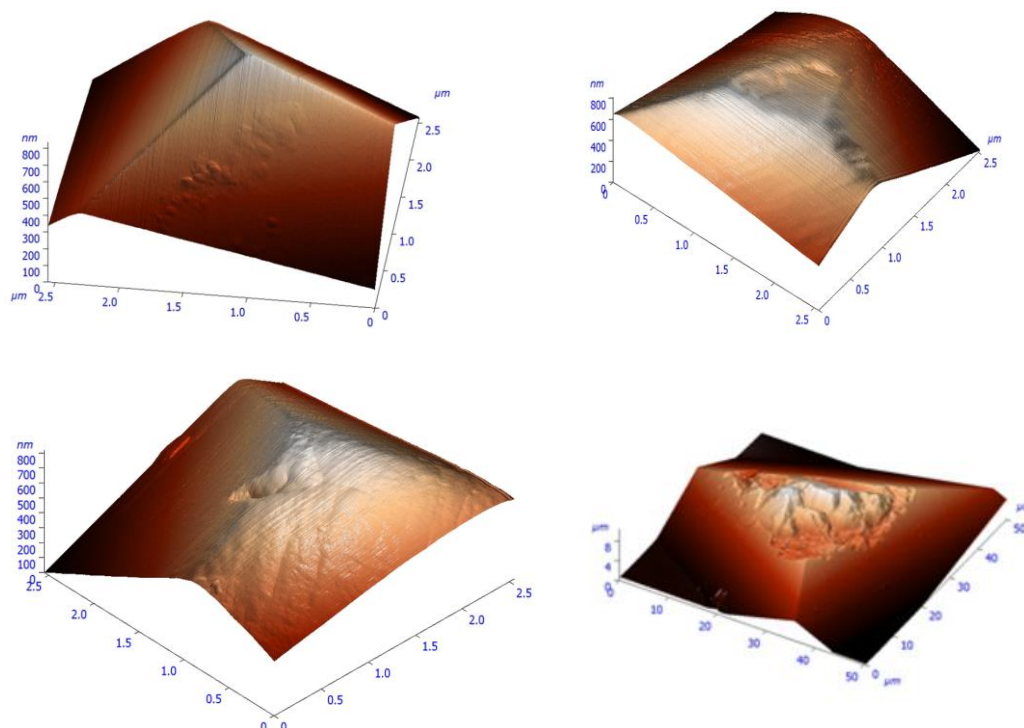


Рисунок 4.6 – Примеры АСМ изображений нового, и пришедшего в негодность алмазных инденторов, а так же пирамида Берковича рядом с углом куба.

4.2 Взаимодействие острого зонда с поверхностью по модели Герца. Расчеты и экспериментальная проверка.

В определенном диапазоне глубин внедрения острого зонда в поверхность силу упругого отталкивания можно рассматривать, следуя подходу Герца, представленному уравнением (1.1). Если глубину погружения индентора в поверхность обозначить h , то ее связь с вертикальной координатой положения кончика индентора $z(t)$ (см. (3.61)) можно записать в виде:

$$h(t) = \begin{cases} -z(t), & z \leq 0 \\ 0, & z > 0 \end{cases}. \quad (4.1)$$

Тогда выражение (1.1) принимает вид:

$$F_{Hertz} = \begin{cases} \frac{4}{3} E^* \sqrt{R} (-z)^{3/2}, & z < 0 \\ 0, & z > 0 \end{cases}. \quad (4.2)$$

Введенные обозначения проиллюстрированы рисунком 4.7.

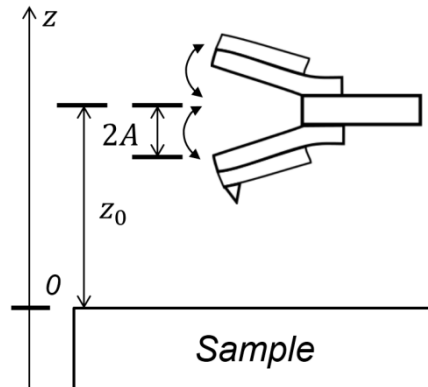


Рисунок 4.7 – Данный рисунок поясняет используемые далее обозначения и выбор системы координат (отгиб веточек камертона многократно преувеличен)

Для упрощения вида итоговых выражений можно ввести обозначение:

$$\xi \equiv \frac{z_0}{A}. \quad (4.3)$$

Интегрирование уравнений (3.63) с учетом силы Герца приводит к равенству:

$$Fc(F_{Hertz}) = \begin{cases} \frac{8\sqrt{2}}{15\pi} E^* A \sqrt{AR} \left(2(3 + \xi^2) E_{elliptic} \left(\frac{1-\xi}{2} \right) - (1 + \xi)(3 + \xi) K_{elliptic} \left(\frac{1-\xi}{2} \right) \right); & |\xi| < 1 \\ \frac{16\sqrt{-1-\xi}}{15\pi} E^* A \sqrt{AR} \left((3 + \xi^2) E_{elliptic} \left(\frac{2}{1+\xi} \right) + (1 - \xi)\xi K_{elliptic} \left(\frac{2}{1+\xi} \right) \right); & -\xi > 1 \end{cases}. \quad (4.4)$$

В этом случае выражение, задающее сдвиг частоты (первое уравнение системы (3.66)), приобретает вид:

$$\frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1 = \begin{cases} \frac{8\sqrt{2}}{15\pi} \frac{E^* \sqrt{AR}}{k_0} \left(2(3 + \xi^2) E_{\text{elliptic}} \left(\frac{1-\xi}{2} \right) - (1 + \xi)(3 + \xi) K_{\text{elliptic}} \left(\frac{1-\xi}{2} \right) \right); |\xi| < 1 \\ \frac{16\sqrt{-1-\xi}}{15\pi} \frac{E^* \sqrt{RA}}{k_0} \left((3 + \xi^2) E_{\text{elliptic}} \left(\frac{2}{1+\xi} \right) + (1 - \xi) \xi K_{\text{elliptic}} \left(\frac{2}{1+\xi} \right) \right); -\xi > 1 \end{cases}, \quad (4.5)$$

где $K_{\text{elliptic}}(x)$ и $E_{\text{elliptic}}(x)$ – соответственно полные эллиптические интегралы первого и второго рода. Данное соотношение было получено с учетом конкретной зависимости силы от углубления. В общем случае такого рода задача была впервые решена в 2000 году, уравнение (1.127) [76] в обзорной части диссертации. В случае произвольной полиномиальной силы $F(z) = C(-z)^m$, выражение содержало гипергеометрические и гамма-функции. В нашем случае выражение (4.5) содержит зависимости в виде эллиптических интегралов и может быть использовано для анализа зависимости силы от углубления в виде модели Герца.

В предельных случаях: на начальном участке кривой подвода ($\xi = z_0/A \approx 1$) и для больших углублений ($-\xi \gg 1$), имеют место приближенные равенства:

$$\frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1 = \begin{cases} \frac{(1-z_0/A)^2}{\sqrt{2}} \frac{E^* \sqrt{AR}}{k_0} \left(1 - \frac{1-z_0/A}{8} \right); z_0/A \lesssim 1 \\ \frac{2E^* \sqrt{R} \sqrt{-z_0}}{k_0} \left(1 - \frac{z_0^2}{32A^2} \right); -z_0/A \gg 1 \end{cases}. \quad (4.6)$$

Если в полученных выражениях учитывать только слагаемое второго порядка малости (пропорциональное $(1 - \xi)^2$), то первое равенство (4.6) совпадет с результатом работы [75] (см. (1.126)). Если учитывать нулевой порядок малости, без последующих слагаемых, то второе равенство (4.6) совпадет с результатом [148].

При $\Delta\omega \ll \omega_0$ выражение для сдвига частоты можно представить в виде:

$$\Delta\omega = \omega_0 \frac{E^* \sqrt{RA}}{k_0} f(\xi). \quad (4.7)$$

Записанный в таком виде сдвиг частоты можно использовать для построения зависимости $\Delta\omega$ от безразмерного параметра $\xi = z_0/A$. Такая зависимость приведена на рисунке 4.8.

По данной модели можно вычислить среднюю за период колебаний силу F_a . Именно эта величина регистрируется оптическим датчиком силы в гибридном зонде, входящем в состав приборов «НаноСкан». Данную силу можно представить в виде:

$$F_a = \frac{\omega}{2\pi} \int_0^{\frac{2\pi}{\omega}} F(h(t)) dt. \quad (4.8)$$

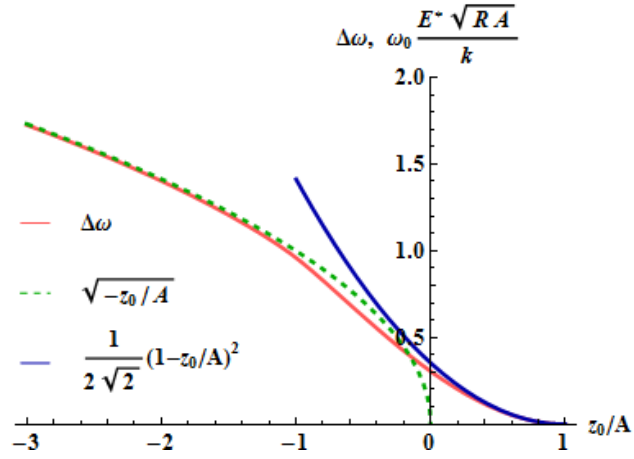


Рисунок 4.8 – Сдвиг резонансной частоты по мере углубления зонда в материал и аппроксимирующие его зависимости.

Для силы $F_{Hertz}(h)$, определенной уравнением (4.2), и смещения $h(t)$, заданного уравнениями (4.1) и (3.61), вычисления приводят к зависимости

$$F_a = \frac{4E^*}{9\pi} A^{3/2} \sqrt{R},$$

$$\begin{cases} 0, \xi > 1, \\ \sqrt{2} \left(-8\xi E_{elliptic} \left[\frac{1-\xi}{2} \right] + (1+\xi)(1+3\xi) K_{elliptic} \left[\frac{1-\xi}{2} \right] \right); -1 \leq \xi \leq 1. \\ -2\sqrt{-1-\xi} \left(4\xi E_{elliptic} \left[\frac{2A}{A+z_0} \right] + (1-\xi) K_{elliptic} \left[\frac{2}{1+\xi} \right] \right); \xi < -1 \end{cases} \quad (4.9)$$

Также для предельных случаев: начального участка кривой подвода ($\xi = z_0/A \approx 1$) и больших углублений ($-\xi \gg 1$) имеют место приближенные равенства:

$$F_a = \begin{cases} \frac{E^* \sqrt{R} A^{3/2} \left(1 - \frac{z_0}{A}\right)^2}{2\sqrt{2}} \left(1 + \frac{1 - \frac{z_0}{A}}{24}\right), z_0/A \lesssim 1 \\ \frac{4}{3} E^* \sqrt{R} (-z_0)^{3/2} \left(1 + \frac{3}{16} \frac{A^2}{z_0^2}\right), \frac{z_0}{A} \ll -1 \end{cases}. \quad (4.10)$$

Зависимости (4.2), (4.5) и (4.9) допускают экспериментальную проверку модельных допущений. На рисунке 4.9 приведены экспериментальная (сплошная линия) и теоретическая (штрихованная линия) зависимости. Волнистая зеленая кривая была получена в отсутствии колебаний зонда и должна соответствовать теоретической зависимости (4.2), предложенной Герцем. Параметры для расчета аппроксимирующей теоретической кривой были выбраны следующими: $R = 800$ нм, свойства кварца: $E=73$ ГПа, $\sigma = 0.17$, свойства индентора: $E_{ind} = 1143$ ГПа, $\sigma_{ind} = 0.07$. Радиус R был взят из данных атомно-силовой микроскопии, если он не

известен, то может быть определен путем подбора по критерию наилучшего совпадения модельной кривой с экспериментальными данными. Положение $z = 0$ экспериментальной кривой соответствует точке начала роста зависимости силы от глубины.

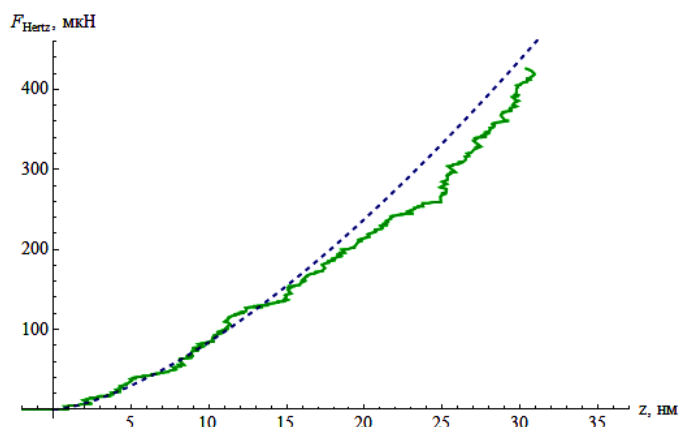


Рисунок 4.9 – Экспериментальная (сплошная линия) и теоретическая (пунктир) зависимости силы от вертикальной координаты, полученные при внедрении в образец плавленого кварца.

Теоретическая и экспериментальная зависимости хорошо совпадают особенно в начальной области углублений, что говорит о возможности аппроксимации кончика затупленного индентора вписанной сферой. В эксперименте был использован один из инденторов, описанных в пункте 4.1, а именно: тупая пирамида, изображенная на рисунках 4.4б, 4.5б. Как видно из рисунка 4.3 ее форму можно считать параболической (параболоид вращения, вписанный в сферу радиусом 800 нм) в приведенном на рисунке 4.9 интервале глубин внедрения.

Также был проведен эксперимент по измерению кривых подвода, то есть контролируемому прижиму осциллирующего зонда к поверхности плавленого кварца. Экспериментальная кривая и аппроксимирующая ее расчетная зависимость, полученная из формулы (4.9), представлены на рисунках 4.10а, 4.10б. При снятии данной кривой был выбран максимальный запас по усилению в тракте, чтобы колебания в контакте не затухали как можно дольше. Резонансная частота зонда $f_0 = \frac{\omega_0}{2\pi}$ была определена исходя из зависимости амплитуды колебаний зонда, как функции рабочей частоты полосно-пропускающего фильтра, перестраиваемого с помощью ПО, и составила 14.14 кГц. Указанная величина f_0 была использована при построении зависимости, задаваемой уравнением (4.5). Ноль вертикальной координаты экспериментальной кривой (точка $z_0 = 0$) был выбран так, чтобы обеспечить совпадение модельной и измеренной зависимостей на начальном участке нагружения.

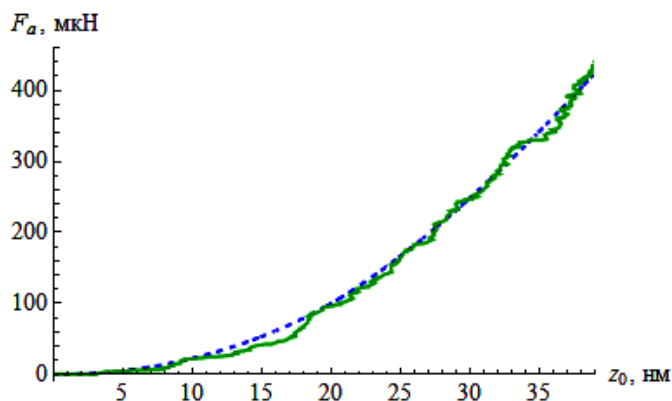


Рисунок 4.10 – Экспериментальная (сплошная линия) и теоретическая (пунктир) зависимости средней силы от вертикальной координаты, полученные при внедрении осциллирующего зонда в образец плавленого кварца.

Приведенные кривые демонстрируют соответствие экспериментальных результатов и теоретической модели для случая чисто упругого взаимодействия по модели Герца. В дополнение к зависимости средней силы от углубления были получены зависимости сдвига резонансной частоты (рисунок 4.11).

Для расчетов было использовано значение $k_0 = 1.1 \cdot 10^5$ Н/м: оно обеспечивает наилучшее совпадение экспериментальной и теоретической кривых.

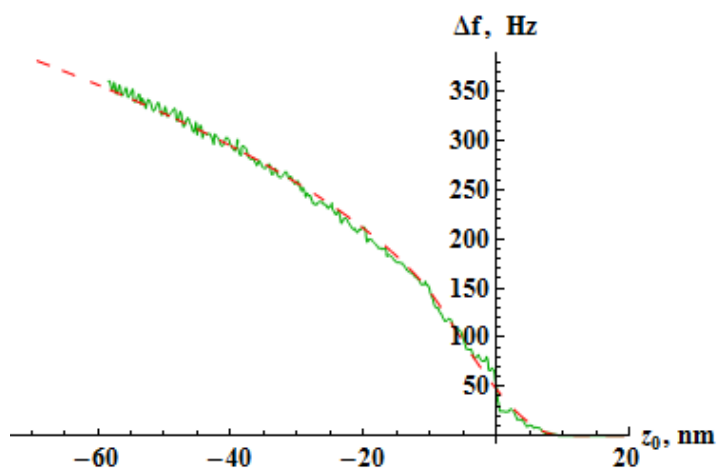


Рисунок 4.11 – Экспериментальная (сплошная линия) и теоретическая (пунктир) зависимости сдвига резонансной частоты от вертикальной координаты, полученные при внедрении осциллирующего зонда в образец плавленого кварца.

Аналогичные зависимости сдвига резонансной частоты от положения зонда были сняты на следующих материалах: ПММА ($E=3.25\text{ ГПа}$, $\sigma = 0.3$, в скобках указываются значения, использованные для расчета), дюралюминии В95 ($E=120\text{ ГПа}$, $\sigma = 0.3$), поликристаллическом сапфире ($E=352.3\text{ ГПа}$, $\sigma = 0.27$). Совокупность кривых представлена на рисунках 4.12, 4.13.

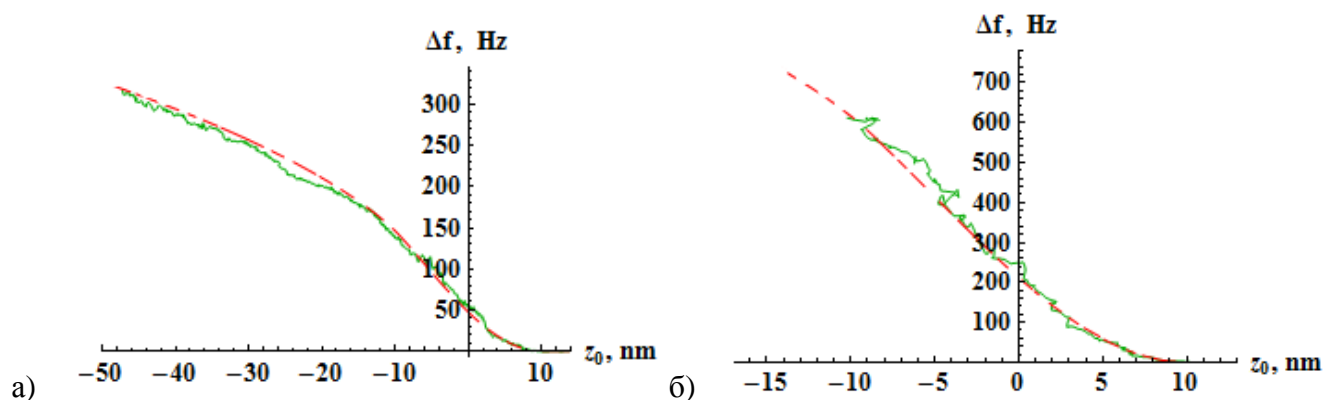


Рисунок 4.12 – Сравнение экспериментальных данных (сплошная линия) с результатами расчета (пунктир) для различных материалов. а) плавленный кварц, б) поликристаллический сапфир.

Величина систематической ошибки при такого рода измерениях зависит от большого числа факторов и ее минимизация предполагает наиболее полную характеристику зонда и используемого индентора. Наиболее реалистичная схема такой сквозной калибровки состоит в измерении кривой подвода на хорошо известном материале, например плавленном кварце с последующим использованием полученных калибровок при работе с неизвестными материалами. Накопление данных о свойственных обсуждаемым методам ошибках происходит сейчас в ФГБНУ ТИСНУМ. Из приведенных на рисунках графиков можно получить информацию только о величине случайной ошибки свойственной методу кривых подвода. Эту ошибку характеризует «шершавость» экспериментальных кривых и отклонение измеренных сдвигов от расчетных, как правило, не превышает (5-10)%.

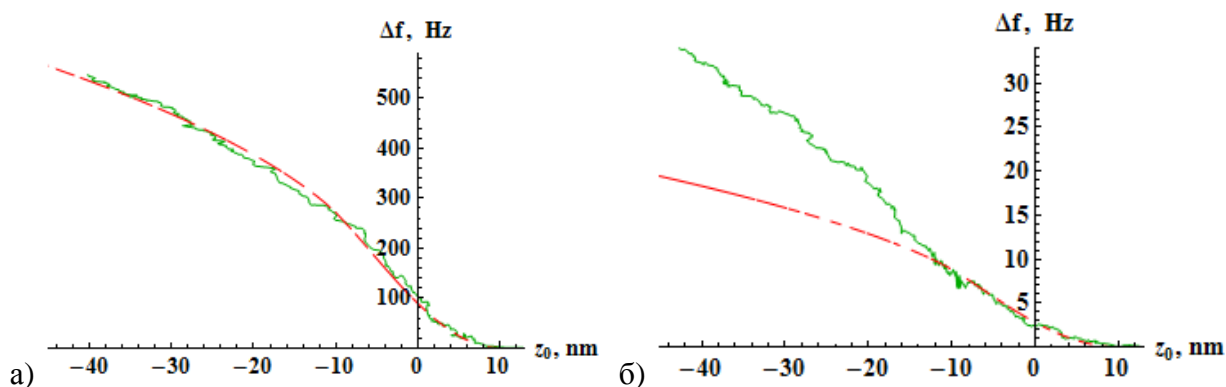


Рисунок 4.13 – Сравнение экспериментальных данных (сплошная линия) с результатами расчета (пунктир) для различных материалов. а) дюралюминий б) ПММА.

Предложенные выше зависимости хорошо согласуются с результатами эксперимента. Значительное отклонение наблюдается только для ПММА. Данный материал обладает низким значением твердости и по мере возрастания усилия прижима и глубины погружения проявляется пластическая деформация в области контакта и теоретическая зависимость, полученная для случая чисто упругой деформации, перестает быть верной, что и приводит к отклонению экспериментальной кривой от теоретической. Пластическая деформация ПММА приводит к ускоренному росту контактной площади, а значит и контактной жесткости и, как следствие, к большему сдвигу резонансной частоты, при одинаковом заглублении и усилии прижима. К такому же эффекту может приводить и заглубление индентора на величину превышающую сферичность кончика и переход на конусообразную форму.

Аппроксимация кончика индентора сферой не всегда оптимальна с аналитической точки зрения. Такой подход плохо сшивается с пирамидальной формой индентора на больших удалениях от кончика и не позволяет построить аналитическую модель, работоспособную в широком диапазоне усилий и заглублений. Один из возможных вариантов, позволяющих преодолеть эту трудность, описан в следующем разделе.

4.3 Контакт индентора в форме усеченного конуса с поверхностью. Расчеты и экспериментальная проверка.

Рассмотрение кончика индентора в виде параболоида вращения не всегда удобно, поскольку при таком подходе функция формы площади индентора $A(h_c)$ (раздел 1.5) получает неправильное асимптотическое поведение – для пирамидального индентора $A(h_c) \sim h_c^2$, а для

тела в виде параболоида вращения $A(h_c) \sim h_c$. Таким образом, при приближении индентора параболоидом вращения, параметры такого параболоида будут зависеть от размера кончика, который аппроксимируется и чем больше его размер, тем хуже будет качество такой аппроксимации. Форма индентора определяет контактную площадь взаимодействия и, значит, играет ключевую роль при измерении механических свойств исследуемого материала. Представленная в данном разделе модель была предложена в работе [149].

При наноиндентировании, применяется подход, позволяющий учесть особенности формы индентора, сохранив правильное асимптотическое поведение при больших глубинах [32,150]. Это представление кончика индентора в виде усеченной пирамиды. Для индентора Берковича с «отрезанным» кончиком зависимость функции формы площади имеет вид: $A(h_c) = 24.5(h + \Delta h)^2$. При этом согласно работе [151], высота Δh составляет всего несколько нанометров.

Такая функция формы площади эквивалентна функции формы для усеченного конуса. Естественно, эти фигуры являются разными, однако, параметр β_{ind} , учитывающий несимметричность индентора при анализе его упругой разгрузки из поверхности близок к 1. При упругопластическом взаимодействии индентора с поверхностью ключевую роль играет площадь контакта, а не форма индентора. Рассмотрим индентор в виде конуса с усеченной вершиной. Параметры такого конуса представлены на рисунке 4.14.

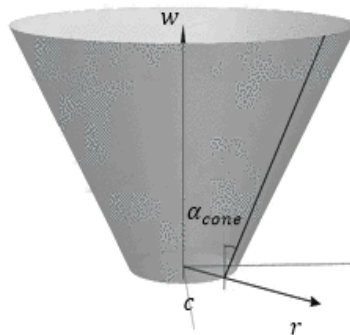


Рисунок 4.14 – Игла индентора в виде пирамиды с усеченной вершиной [71].

Такой конус описывается зависимостью:

$$w(r) = \begin{cases} 0, & r < c \\ br - cb, & r \geq c \end{cases} \quad (4.11)$$

где $b = \text{ctg } a_{\text{cone}}$. Зависимость силы F от углубления такого тела в плоскую поверхность можно получить, используя формулы (1.12), (1.13): $F = 2E^*a \int_0^1 \frac{x^2 f'(x)}{\sqrt{1-x^2}} dx$, $h = \int_0^1 \frac{f'(x)dx}{\sqrt{1-x^2}}$. Как было указано в разделе 1.2, функция $f(x)$ определена выражением:

$$w(r) = f\left(\frac{r}{a}\right). \quad (4.12)$$

Интегрирование приводит к результату:

$$F = E^*b \left(c\sqrt{a^2 - c^2} + a^2 \arccos\left(\frac{c}{a}\right) \right), \quad (4.13)$$

$$h = ab \arccos\left(\frac{c}{a}\right). \quad (4.14)$$

Аналитическое решение уравнений (4.13), (4.14) относительно переменной a в элементарных или специальных функциях невозможно, однако можно получить решение в предположении малости параметра c/a , что согласно уравнению (4.14) соответствует большим h : от доли значения c и выше. В таком случае уравнения (4.13), (4.14) приобретают вид:

$$F(a) = E^* \left(\frac{\pi b a^2}{2} - \frac{2bc^3}{3a} - \frac{bc^5}{5a^3} \right) + O\left(\frac{c}{a}\right)^4, \quad (4.15)$$

$$h(a) = \frac{\pi b a}{2} - bc - \frac{bc^3}{6a^2} + O\left(\frac{c}{a}\right)^4. \quad (4.16)$$

Пренебрежение слагаемыми порядка $O\left(\frac{c}{a}\right)^4$ в уравнениях (4.15), (4.16) приводят к зависимости вида:

$$F(h) = E^* \frac{b^3 c^3 \pi^2 - 6(bc+h)^3}{3b\pi(bc+h)}. \quad (4.17)$$

При этом уравнение (4.17) обеспечивает достаточно хорошее совпадение с полной параметрической зависимостью силы от глубины, выраженной уравнениями (4.13), (4.14). Конус, имеющий эквивалентную пирамиде Берковича зависимость площади сечения от глубины, имеет угол раствора 70° , а типичные значения C можно оценить в 5 нм (именно такие величины будут использоваться при анализе экспериментальных данных). При таких значениях параметров, как это видно из рисунка 4.15, приближенное выражение (4.17) начинает совпадать с параметрической зависимостью (4.13), (4.14), начиная с долей нанометра.

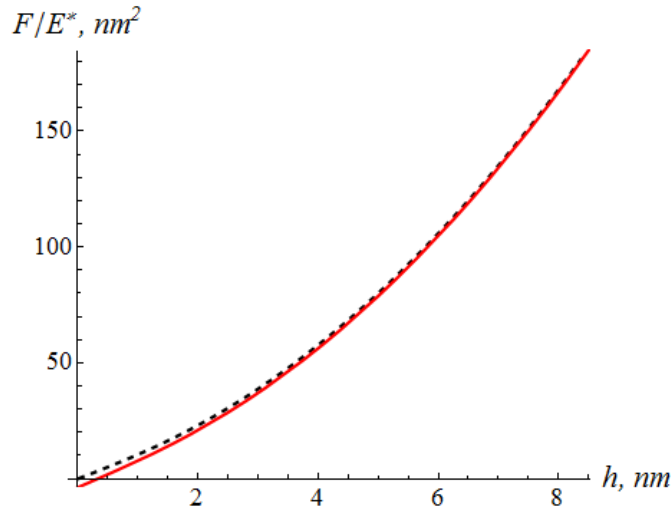


Рисунок 4.15 – Зависимость силы от глубины, заданная параметрически (пунктирная линия) и полученная после разложения в ряд (формула (4.17), изображена сплошной линией) [71].

Зная зависимость $F(h)$ для индентора заданной формы, можно определить компоненту F_c по формуле (3.61) и сдвиг резонансной частоты по первому уравнению системы (3.66). Аналитические выкладки приводят к результату:

$$\frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1 = \frac{E^*}{Ak_0} \frac{2 \tan[\alpha_{cone}]}{3A\pi^2}.$$

$$\left\{ \begin{array}{l} 0, , z_0 < A \\ (c^3\pi^2b^3 + 6A^2z_2) \text{ArcCos} \left[\frac{z_0}{A} \right] - \\ - 2(2A^2 + z_0^2 + 3z_2(z_2 - z_0)) \sqrt{A^2 - z_0^2} + \\ + \frac{2c^3\pi^2b^3z_2}{\sqrt{A^2 - z_2^2}} \text{ArcTanh} \left[\sqrt{\frac{A-z_0}{A+z_0}} \sqrt{\frac{A+z_2}{A-z_2}} \right], -A < z_0 < A \\ \frac{\pi}{\sqrt{z_2^2 - A^2}} (c^3\pi^2b^3z_2 + (c^3\pi^2b^3 + 6A^2z_2) \sqrt{z_2^2 - A^2}), z_0 < -A, \end{array} \right. \quad (4.18)$$

где

$$z_2 = z_0 - c \cdot b. \quad (4.19)$$

Представляется целесообразным сравнение сдвига резонансной частоты $\Delta\omega$ для рассматриваемой формы индентора в виде затупленного конуса со случаем, когда форма острия описывается параболоидом вращения (раздел 4.2). Для такого сравнения напомним зависимость

(4.18) для случая $\Delta\omega \ll \omega_0$ (аналогично формуле (4.7) данное приближение позволяет использовать безразмерные параметры):

$$\Delta\omega = \omega_0 \frac{E^* b c^2}{kA} f\left(\frac{z_0}{A}, \frac{A}{bc}\right). \quad (4.20)$$

На рисунке 4.16 красной линией изображена зависимость (4.18) (отношение $\frac{A}{bc}$ было принято равным $100 \text{ нм}/(\text{ctg}(70^\circ) \cdot 5 \text{ нм})$), зеленым пунктиром – аппроксимация для случая больших углублений:

$$\Delta\omega = \omega_0 \frac{E^* b c^2}{kA} * \frac{2A}{\pi bc} \left(1 - \frac{z_0}{bc}\right). \quad (4.21)$$

Она может быть выведена, исходя из формулы (3.76) и параметрической зависимости (4.15), (4.16) при $a \gg c$, а также определений (3.81), (4.1).

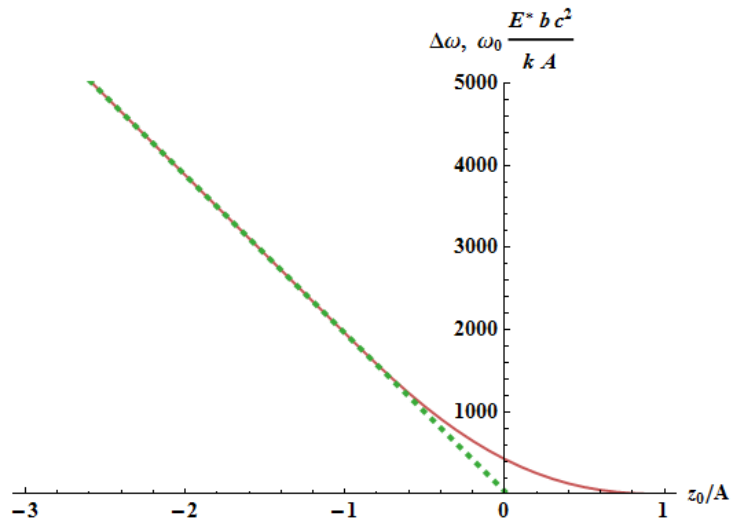


Рисунок 4.16 – Сдвиг резонансной частоты по мере углубления зонда в материал и аппроксимирующие его зависимости (сплошная линия – расчетное значение, пунктир – линейная аппроксимация).

Линейная зависимость может быть получена из уравнений (4.15) и (4.16) при больших значениях параметра a (с учетом равенства $z = -h$, см. (4.1)):

$$F \approx \frac{2E^*(bc-z)^2}{b\pi}. \quad (4.22)$$

Отсюда, применяя (3.76) и определение (3.81), получаем равенство (4.24). Начальный участок кривой сдвига резонансной частоты (случай $z_0/A \lesssim 1$) в отличие от формы индентора в виде параболоида вращения не описывается степенной зависимостью в значимом диапазоне глубин внедрения. Аналогичное разложение выражений (4.15) и (4.16) при $c \approx a$ приводит к зависимости силы F от смещения вида (1.6) при $c = a$. Соответственно, в таком случае получаем $\Delta\omega \sim \sqrt{A - z_0}$.

Можно отметить, что график зависимости (4.18) в представленном на рисунке 4.16 масштабе визуально совпадает с численным решением, полученным без разложения в ряд по c/a : непосредственно из выражений (4.13), (4.14).

Также можно вычислить среднюю силу F_a , регистрируемую при колебаниях зонда (формула (4.8)). Для силы $F(h)$, заданной уравнением (4.17), а также смещения $h(t)$, определенного соотношениями (4.1) и (3.61), вычисления приводят к зависимости:

$$F_a = \frac{E^* \text{Tan}[\alpha_{cone}]}{\pi^2},$$

$$\begin{cases} 0, z_0 < A \\ (4z_2 - z_0)\sqrt{A^2 - z_0^2} - (A^2 + 2z_2^2)\text{ArcCos}\left[\frac{z_0}{A}\right] \\ - \frac{c^3\pi^2 b^3}{3\sqrt{A^2 - z_2^2}} \ln \left[\frac{A(z_0 - z_2)}{A^2 - z_0 z_2 + \sqrt{A^2 - z_0^2} \sqrt{A^2 - z_2^2}} \right], -A < z_0 < A \\ \pi \left(- \frac{c^3\pi^2 b^3}{3\sqrt{z_2^2 - A^2}} - (A^2 + 2z_2^2) \right), z_0 < -A \end{cases} \quad (4.23)$$

Можно сравнить зависимости (4.18), (4.23) с экспериментальными данными. Параметры b и c при этом должны соответствовать пирамиде Берковича. Значение параметра b определяется углом раствора конуса. Конус, имеющий одинаковую с пирамидой Берковича зависимость площади сечения от высоты, отмеренной от кончика, имеет угол раствора 70.32° . Таким образом, значение параметра b будет близко к $\text{ctg}(70.32^\circ)$. Значение параметра c будет порядка $\Delta h \text{tg}(70.32^\circ)$ то есть нескольких нанометров, если ориентироваться на значение Δh , приведенное в работе [151].

Для более корректного учета изменений амплитуды колебаний значения, регистрируемые прибором, умножались на калибровочную зависимость $U(K)$, полученную с помощью измерительных приборов. Измерялось напряжение U , поступающее на пьезокерамический биморфный элемент в зависимости от коэффициента усиления K , см. рис 3.15. Кроме того,

учитывалась жесткость центральной ножки камертона, обуславливающая отгиб зонда при его прижиге к поверхности. В данном эксперименте эта величина составила 408 Н/м, что соответствует жесткости специального «мягкого» зонда. Были использованы следующие значения параметров $\alpha_{cone} = 70^\circ$, $k_0 = 3.52 \cdot 10^5$ Н/м, $c = 5$ нм. Параметр α_{cone} равный величине 70.32° , гарантирует правильное асимптотическое поведение зависимости площади сечения от расстояния до кончика индентора. Параметр c обеспечивает совпадение экспериментальной и теоретической кривой $F_a(h)$ для малых глубин. При заданном значении c параметр k_0 позволяет добиться совпадения экспериментальной и теоретической зависимостей $\Delta f(h)$. Резонансная частота зонда, полученная путем снятия сквозной АЧХ зонда в составе автогенераторного тракта средствами управляющего ПО, составила $f = \omega_0/2\pi = 15.3$ кГц. В качестве параметров материала индентора были использованы следующие значения: $E_{ind} = 1143$ ГПа, $\nu_{ind} = 0.07$.

На рисунках 4.17 а и 4.17 б представлены расчетные и измеренные зависимости сдвига резонансной частоты и силы при внедрении индентора в образец плавленого кварца. Использовались стандартные значения $E = 70$ ГПа, $\nu = 0.17$. хорошо видно совпадение теоретических и экспериментальных данных на начальных участках кривых подвода.

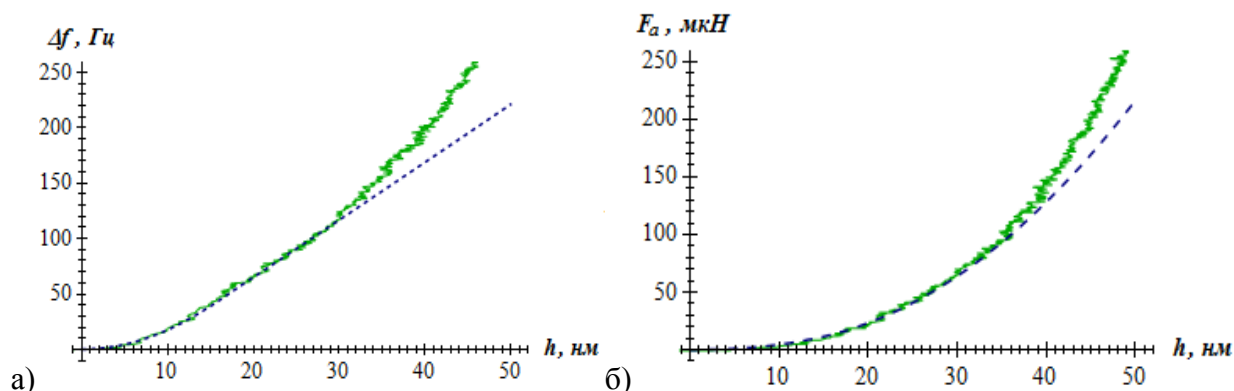


Рисунок 4.17 – Экспериментальные (сплошные линии) и теоретические кривые (пунктир) сдвига резонансной частоты (а) и средней силы (б), полученные для образца плавленого кварца.

На рисунках 4.18 а и 4.18 б представлены зависимости сдвига резонансной частоты и силы прижиге при внедрении острия зонда в слой кремния тестовой структуры TGZ2. Используются значения $E = 180$ ГПа, $\nu = 0.27$, из рисунков также видно неплохое совпадение кривых при углублении зонда в поверхность.

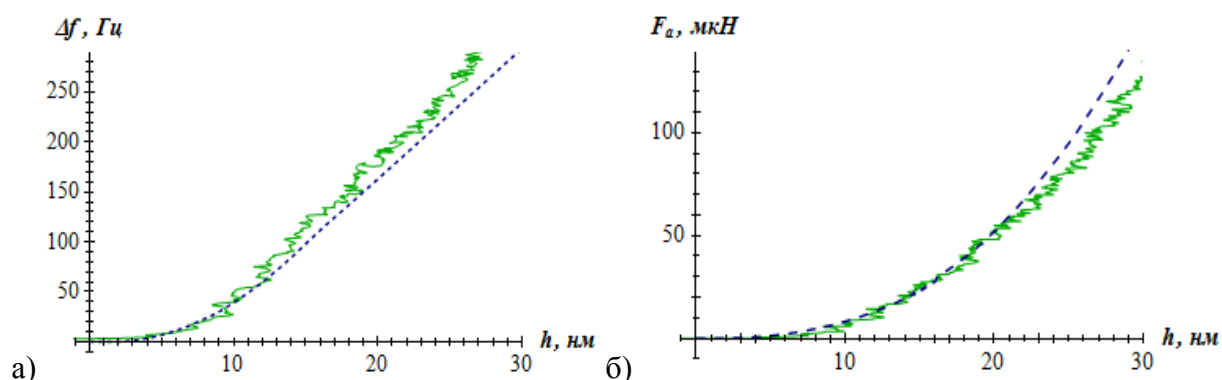


Рисунок 4.18 – Экспериментальные (сплошные линии) и теоретические кривые (пунктир) сдвига резонансной частоты (а) и средней силы (б), полученные на слое Si тестовой структуры TGZ2.

Получается, что представленные модели подтверждаются экспериментальными данными и могут использоваться при анализе поведения резонансного зонда. Приближение пирамиды усеченным конусом применимо для новых инденторов, которые еще не затупились в процессе эксплуатации. Приближение кончика таких инденторов параболоидом вращения является неэффективным, так как параметры подобного параболоида будут зависеть от рабочей глубины погружения иглы в поверхность образца. Затупленные иглы, плохо подходящие для наноиндентирования, вполне эффективны для задач картографирования модуля упругости (Юнга). Для картографирования приведенной твердости лучше подходят модели, рассматривающие индентор в виде усеченного конуса. Представленная модель, описываемая зависимостями (4.18), (4.23), будет использоваться в дальнейшем для построения карт модуля упругости в процессе сканирования образца.

4.4 Упруго-пластическое взаимодействие с образцом. Расчеты и экспериментальная проверка.

Представленная в данном разделе модель была опубликована в работе [71]. В основе рассматриваемого подхода лежат соотношения (1.74), (1.75), из которых можно получить выражение:

$$\frac{dF}{dh} = 2\beta_{ind}E^*\sqrt{\frac{F_{max}}{\pi H}}. \quad (4.24)$$

Рассмотрим внедрение индентора в образец, на которое дополнительно наложено осциллирующее движение (см. (3.61)). Предположим, что внедрение в образец является достаточно медленным: изменение глубины погружения индентора за один период колебаний мало по сравнению с его амплитудой. В таком случае можно считать, что в течение каждого периода колебаний индентор совершает повторное нагружение в поверхность на глубину, на которую уже углублялся ранее. Основываясь на предположении о полностью упругом повторном нагружении [10,152], можно считать, что производная $\frac{dF}{dh}$ соответствует производной от текущего значения приложенной нагрузки F . В рамках данного подхода вся кривая зависимости силы F от глубины h состоит из множества индентов с частичным разгрузением (рисунок 4.19), к каждому из которых применима зависимость (4.24).

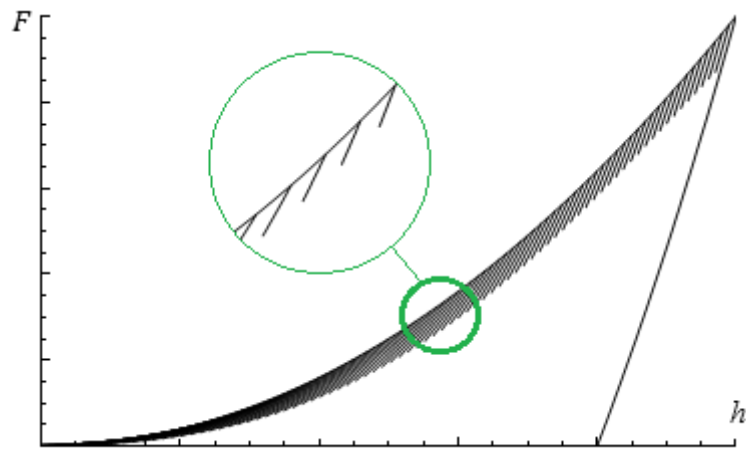


Рисунок 4.19 – Схематичная зависимость силы F от глубины погружения h для случая медленного нагружения индентора, совершающего быстрые осцилляции.

Для погружений больших, чем амплитуда колебаний ($h \gg A$), максимальная за цикл сила F_{max} слабо отличается от среднего за период колебаний значения силы F_a (см. формулу (4.8)), в связи с чем зависимость (4.24) можно переписать в виде:

$$\frac{dF}{dh} = 2\beta_{ind}E^* \sqrt{\frac{F_a}{\pi H}}, \quad (4.25)$$

кроме того, при данном приближении зависимость силы от глубины можно переписать в виде:

$$F \approx F_a + \frac{dF}{dh}(h - h_a). \quad (4.26)$$

Переходя к зависимости силы от вертикальной координаты $z = -h$ (см. (4.1)), можно вычислить компоненту $F_c(F)$, определяющую сдвиг частоты колебаний; согласно (3.63) и учитывая гармонический закон колебаний (3.61):

$$F_c(F) = A \frac{dF}{dh}. \quad (4.27)$$

Для избежания путаницы, связанной со знаком, связывающим вертикальную координату и глубину ($z = -h$), заметим, что в данных уравнениях производная $\frac{dF}{dh}$ записана в предположении, что аргументом силы является z : $\frac{dF}{dh} = \frac{dF(z(h))}{dh} = -\frac{dF(z)}{dz}$. Аналогично рассмотрению пункта 3.4, из первого уравнения системы (3.66):

$$m\omega^2 - k_0 \approx \frac{dF}{dh}. \quad (4.28)$$

Учитывая определение $\omega_0 = \sqrt{k_0/m}$ из данного уравнения следует:

$$\frac{\omega^2 - \omega_0^2}{\omega_0^2} = \frac{\frac{dF}{dh}}{k_0}. \quad (4.29)$$

Для всех представленных ниже экспериментов сдвиг резонансной частоты не превышает величины порядка 1 кГц, в то время как резонансная частота колебаний зонда составляет 10 кГц, поэтому $\omega^2 - \omega_0^2 \approx 2\Delta\omega\omega_0$, откуда следует $\left(f = \frac{\omega}{2\pi}\right)$:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{\Delta\omega}{\omega_0} = \frac{1}{2} \frac{\frac{dF}{dh}}{k_0}, \quad (4.30)$$

данное уравнение совместно с равенством (4.24) приводит к зависимости:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \beta_{ind} \frac{E^*}{k_0} \sqrt{\frac{F_a}{\pi H}}. \quad (4.31)$$

Как было указано в разделе 1.5, коэффициент β_{ind} слабо отличается от единицы; кроме того, в случае практического применения коэффициент k_0 , а точнее отношение f_0/k_0 подбирается в процессе калибровки, поэтому для дальнейших рассмотрений положим $\beta_{ind} = 1$, тогда из уравнения (4.31) следует:

$$\frac{H}{E^{*2}} = \frac{F_a}{\pi} \left(\frac{1}{k_0} \frac{f_0}{\Delta f} \right)^2. \quad (4.32)$$

Таким образом, зависимость (4.32) позволяет вычислять отношение H/E^{*2} (а так как свойства иглы индентора известны, то и отношение H/E^2) исходя из данных о сдвиге резонансной частоты Δf и средней за период силы F_a . Единственным калибровочным параметром при этом является отношение f_0/k_0 .

Выражение (4.32) позволяет произвести экспериментальную проверку полученных результатов. Было проведено внедрение осциллирующего зонда в поверхности плавленого кварца и ПММА.

Для плавленого кварца были получены зависимости средней силы F_a и сдвига резонансной частоты Δf . Для использованного зонда было определено значение константы f_0/k_0 : оно было выбрано так, чтобы при больших углублениях ($h \sim 100$ нм) соотношение (4.32) выполнялось для твердости $H \approx 9.5$ ГПа и модуля упругости $E^* \approx 70$ ГПа. Соответствующее значение f_0/k_0 составило 8.0 Гц.

Для определенного значения f_0/k_0 , и $E^* = 70$ ГПа эти же данные можно представить в виде зависимости твердости от глубины, соответствующее изображение приведено на рисунке 4.20а.

Зависимости приложенной силы и сдвига резонансной частоты также были измерены для образца ПММА. Используя значение $E^* = 4.5$ ГПа, была получена зависимость твердости от глубины, представленная на рисунке 4.20б. Величина случайной и методической ошибки при таких измерениях может быть существенно больше 5% и получаемая количественная информация всегда требует внимательного анализа широко круга возмущающих факторов.

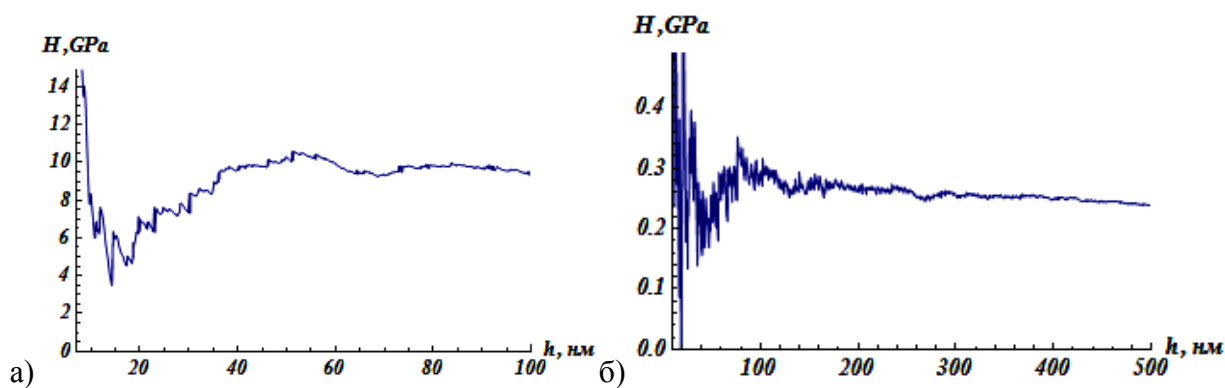


Рисунок 4.20 – Зависимости твердости от глубины, рассчитанные в предположении, что модуль упругости является заранее известным: а) - зависимость для плавленого кварца ($E^* = 70$ ГПа), б) – зависимость для ПММА ($E^* = 4.5$ ГПа).

Из представленных зависимостей видно, что значения твердости H (являющейся в данном случае аналогом H/E^2) является завышенным при малых глубинах, затем заниженным и потом

выходит на более стабильную величину. Первый эффект можно связать с тем, что используемое приближение является верным только для полностью контактных колебаний, второй – с тем что пластическая деформация недостаточно развита – не присутствует по всей площади индентора с острием.

Похожие явления наблюдаются и при использовании традиционного для наноиндентирования метода непрерывного измерения контактной жесткости (метод CSM) рисунок 4.21, [153].

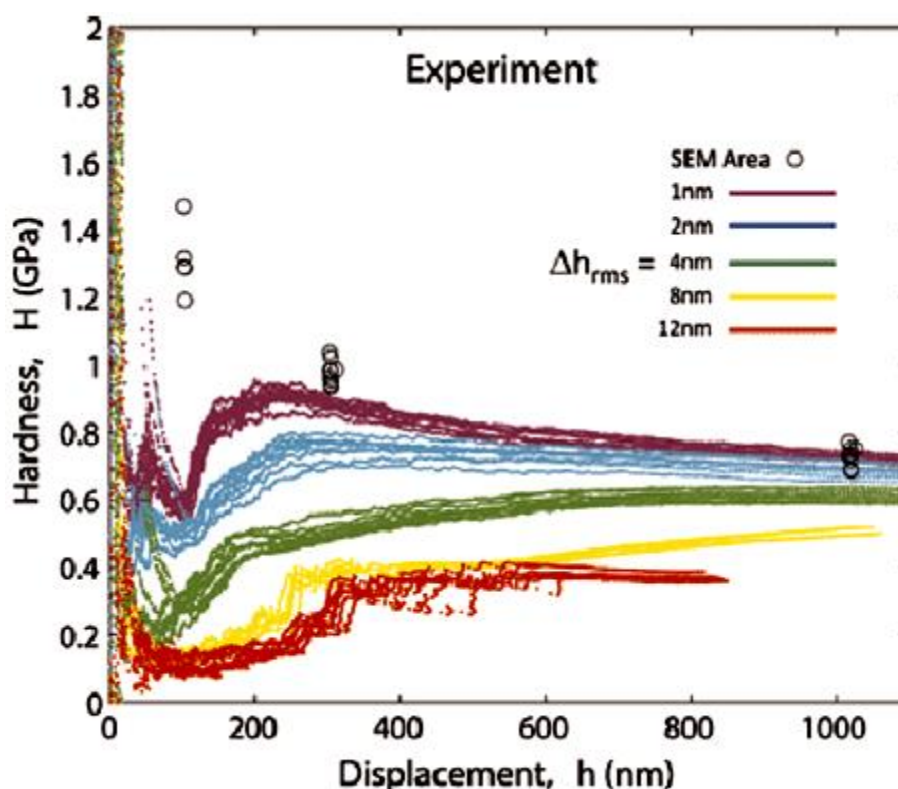


Рисунок 4.21 – Измеренная методом CSM индентационная твердость для меди [153].

Аналогичность зависимостей значений измеряемых твердостей от глубины двумя различными методами говорит о схожести происходящих процессов и подтверждает тот факт, что получаемые с использованием гибридного пьезорезонансного зонда данные коррелируют с данными получаемыми традиционными методами инструментального индентирования. Таким образом, наиболее рациональным будет подход, при котором аномалии в индентационной твердости, измеряемой путем обработки данных о сдвиге резонансной частоты, текущей амплитуде колебаний зонда и статической силе, следует относить скорее к особенностям методики измерения, чем к особенностям свойств поверхностного слоя исследуемого материала.

Рассмотрим более внимательно физические явления, происходящие в области контакта осциллирующего острия с деформируемым материалом. Из первого уравнения системы (3.66), для малых сдвигов резонансных частот $\Delta f \ll f_0$ следует:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{Fc(F)}{k_0 A}. \quad (4.33)$$

Учитывая определение $Fc(F)$ (уравнение (3.63)), можно записать:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{1}{2\pi} \frac{1}{Ak_0} \int_{-\pi}^{\pi} F\left(z\left(\frac{\tau}{2\pi f}\right)\right) \cos(\tau) d\tau. \quad (4.34)$$

Можно заметить, что данное уравнение является прямым аналогом уже известного соотношения (1.120). Не переходя к рассмотрению конкретного закона, задающего зависимость силы от перемещения, заметим, что, используя соотношение (4.8), можно записать:

$$Ak_0 \frac{\Delta f}{f_0} = \frac{1}{2\pi} \int_{-\pi}^{\pi} F\left(z\left(\frac{\tau}{2\pi f}\right)\right) \cos(\tau) d\tau < F_a. \quad (4.35)$$

Откуда, с учетом (4.32) имеет место неравенство:

$$H = \frac{F_a}{\pi} \left(\frac{E^* f_0}{k_0 \Delta f} \right)^2 > \frac{1}{\pi F_a} (E^* A)^2. \quad (4.36)$$

При $A \rightarrow z_0$ (см. (3.61)), то есть в ситуации, когда зонд находится над поверхностью и касается ее только в течение бесконечно малого промежутка времени, естественно считать, что средняя сила взаимодействия стремится к нулю: $F_a \rightarrow 0$. Отсюда и из неравенства (4.36) следует, что вычисленное значение твердости (или, что в данном случае эквивалентно, отношение H/E^2) стремится к бесконечности: $H \rightarrow \infty$, что и наблюдается на данных рисунка 4.20.

Рассмотрим второй эффект, связанный с отсутствием пластической деформации поверхности. Предположим, что деформация является чисто упругой, и проанализируем к каким результатам приводит расчет, основанный на приведенных выше зависимостях. В параболическом приближении формы индентора из соотношений (1.1), (1.29), а также из соотношения (1.71) следует, что возникающая сила выражается зависимостью:

$$F = \frac{4}{3} \frac{E^*}{R} \left(\frac{A}{\pi} \right)^{3/2}. \quad (4.37)$$

В случае полного контакта, когда глубина индентирования в несколько раз превысила амплитуду колебаний, можно считать $F \approx F_a$, тогда из формального применения формулы (4.32) получается фиктивная величина твердости H_f :

$$H_f = \frac{1}{\pi} \left(F \cdot \left(\frac{2E^*}{\sqrt{3}R} \right)^2 \right)^{1/3}. \quad (4.38)$$

В то же время для упругой деформации согласно формуле (1.30) максимальное давление p_{max} определяется соотношением:

$$p_{max} = \frac{2E^*}{\pi R} \sqrt{\frac{A}{\pi}}. \quad (4.39)$$

Как было указано выше, рассматривается чисто упругий контакт, поэтому $p_{max} < H$. Из данного неравенства, а также зависимостей (4.38), (4.39) следует:

$$H_f < \left(\frac{2}{3} \right) H. \quad (4.40)$$

Неравенством (4.40) подтверждается предположение о том, что занижение вычисленного значения твердости при малых глубинах может быть вызвано недостаточно развитой или отсутствующей пластической деформацией.

Следовательно, в данных о твердости, получаемых в ходе сканирования и на начальных участках кривых подвода может содержаться методическая ошибка, обусловленная данным эффектом.

Полученные аналитические зависимости показывают, что при определенных условиях сдвиг резонансной частоты зонда можно использовать в качестве сигнала, линейно связанного с силой прижима острия зонда к поверхности материала. Продемонстрируем эту возможность.

Запишем уравнения (4.6) и (4.10) без учета слагаемых порядка $O(1 - z_0/A)^3$ для случая $z_0/A \lesssim 1$ и без учета слагаемых порядка $O(z_0^2/A^2)$ для случая $-z_0/A \gg 1$:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \begin{cases} \frac{(1-z_0/A)^2}{2\sqrt{2}} \frac{E^* \sqrt{AR}}{k_0}, & z_0/A \lesssim 1 \\ \frac{E^* \sqrt{R} \sqrt{-z_0}}{k_0}, & -z_0/A \gg 1 \end{cases}, \quad (4.41)$$

$$F_a = \begin{cases} \frac{E^* \sqrt{R} A^{3/2}}{2\sqrt{2}}, & z_0/A \lesssim 1 \\ \frac{4}{3} E^* \sqrt{R} (-z_0)^{3/2}, & \frac{z_0}{A} \ll -1 \end{cases}, \quad (4.42)$$

как следует из представленных уравнений, для случая $z_0/A \lesssim 1$:

$$\frac{\Delta f}{F_a} = \frac{f_0}{k_0 A} \left(1 - \frac{z_0}{A}\right)^2. \quad (4.43)$$

Уравнение (4.43), несмотря на то, что оно было получено исходя из уравнений деформации полубесконечной упругой среды параболическим индентором (раздел 4.2) имеет более широкую область применимости. Действуя, аналогично рассуждениям раздела 4.4, получаем, что к описанному случаю упругой деформации сводится также и случай пластического взаимодействия, если под символом R понимать «эффективную форму индентора». Естественно, что при такой интерпретации величина R меняется по мере углубления индентора в поверхность, но особенность уравнения (4.43) как раз и состоит в том, что оно этой величины не содержит, а значит остается верным при углублении индентора в материал с произвольной твердостью.

Тем не менее, следует отметить, что уравнение (4.43) было получено в предположении $\frac{z_0}{A} \ll 1$, а значит, углубление зонда в материал должно происходить только за малую часть периода колебаний зонда, или другими словами, максимальное углубление в материал за период должно быть много меньше амплитуды.

Представленные соотношения хорошо согласуются с экспериментальными данными [114]. Пример такого рода зависимости в абсолютных не приведенных к относительному сдвигу величинах представлен на рисунке 4.22.

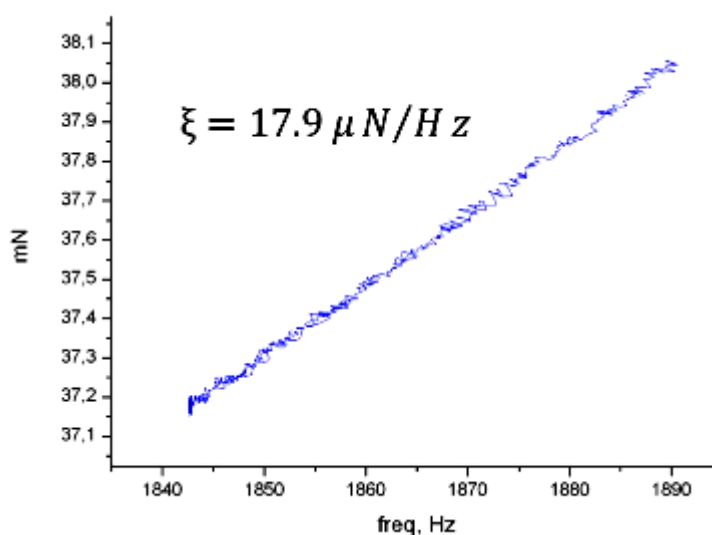


Рисунок 4.22 - Линейная зависимость между силой прижима и сдвигом частоты автогенерации, полученная на одной из модификаций приборов семейства «НаноСкан».

Экспериментально измеренное значение коэффициента пересчета 0.55 Гц /мкН согласуется с коэффициентом $\frac{f_0}{k_0 A}$. При f_0 равной 1840 Гц, $k_0 = 200 \text{ кН/м} = 200 \text{ мкН/нм}$, и амплитуде колебаний 17 нм.

Таким образом, в ходе проведенных исследований были получены аналитические зависимости, устанавливающие взаимосвязь сдвига резонансной частоты зонда, статической силы прижима и амплитуды колебаний с упругими свойствами исследуемого материала. Показано как форма и радиус кривизны кончика зонда влияют на вид этих зависимостей.

Установлено, что при достаточно высоком уровне прижима острия к поверхности в колебательном режиме работы возможно измерение приведенного значения твердости материала, то есть количественное определение твердости при известном значении модуля упругости материала.

Все полученные аналитические зависимости подтверждены экспериментальными исследованиями, продемонстрировавшими применимость использованного подхода и доказавшими возможность количественного измерения модуля упругости и твердости методом кривых подвода при использовании пьезорезонансного зонда и контроле силы прижима, частоты и амплитуды автоколебаний.

Глава 5 Анализ возможности измерения удельной локальной электропроводности материала с использованием гибридного пьезорезонансного зонда с токопроводящим индентором

При осуществлении электрических измерений с использованием СЗМ одной из основных является задача определения размера контактной площадки, образующейся между острием зонда и материалом. Вторым существенным моментом является обеспечение омического электрического контакта между острием и образцом. Наличие загрязнений, окисленных поверхностей и адсорбированной воды существенно искажают данные об истинной проводимости материала, маскируя объемные свойства контактными явлениями. Использование пьезорезонансных зондов, обладающих высокой изгибной жесткостью и контролирующих целый ряд контактных параметров, позволяет путем совместной обработки экспериментальных данных о разных физических величинах, получать информацию об истинных электрических свойствах исследуемого материала.

5.1 Электрический ток при квазистатическом контакте индентора с поверхностью

Найденные ранее зависимости для упругого контактного взаимодействия при полуконтактном режиме работы зонда позволяют осуществить перенос полученных результатов на задачу о протекании тока через меняющуюся во времени контактную площадку. Рассмотрим геометрию контакта, представленную на рисунке 5.1: контактируют два тела с удельными сопротивлениями ρ_1 и ρ_2 , радиус пятна контакта равен a .

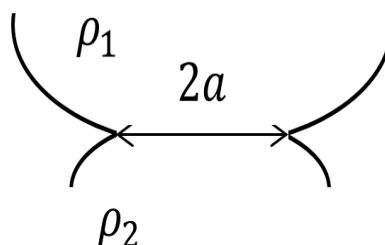


Рисунок 5.1 – Иллюстрация упругого контакта двух токопроводящих тел вращения с различным удельным сопротивлением и упругими константами.

Согласно [154] сопротивление такого кругового контакта:

$$R_{\Omega} = \frac{\rho_1 + \rho_2}{2a}. \quad (5.1)$$

В случае омического контакта при приложении напряжения U между индентором и образцом будет протекать ток:

$$I = \frac{U}{R_{\Omega}} = \frac{2Ua}{\rho_1 + \rho_2}. \quad (5.2)$$

Проведем рассмотрение квазистатического режима нагружения зонда. В случае упругого контакта, описываемого моделью Герца, уравнения (1.1) и (1.29) позволяют связать силу прижима с контактным радиусом. Обозначив контактную силу символом F_{el} , получаем:

$$F_{el} = \frac{4}{3} \frac{E^*}{R} a^3. \quad (5.3)$$

Далее:

$$F_{el} \frac{U^3}{I^3} = \frac{1}{6} \frac{E^*}{R} (\rho_1 + \rho_2)^3. \quad (5.4)$$

То есть отношение $\frac{F_{el}}{I^3}$ остается постоянным для случая упругого внедрения индентора в однородный образец. Исходная задача Герца о взаимодействии двух упругих тел решалась как раз для определения того, с какой силой надо прижимать контакты реле и электрических коммутаторов, чтобы они не горели при пропускании через них тока. И в 1882 году Герц решил эту сугубо электрическую задачу, установив взаимосвязь между силой прижима и площадью контакта, а значит и максимальной силой тока, неразрушающей контактирующие тела.

В случае пластической деформации материала контактная сила F_{pl} связана с твердостью H соотношением:

$$F_{pl} = \pi a^2 H. \quad (5.5)$$

Из уравнений (5.5) и (5.2) следует, что для пластической деформации:

$$F_{pl} \frac{U^2}{I^2} = \frac{\pi H}{4} (\rho_1 + \rho_2)^2. \quad (5.6)$$

То есть в этом случае отношение $\frac{F_{pl}}{I^2}$ остается постоянным по ходу внедрения индентора в однородный образец.

Соотношение (5.6) обсуждалось в работе [155], там также были представлены экспериментальные результаты для случая индентирования слоя золота. Кривые зависимости тока от приложенного напряжения при заданной нагрузке, а также квадрата тока от измеренного значения силы приведены на рисунках 5.2 а и б. Из этих графиков хорошо видно, что для острия из сильно легированного бором алмаза контакт с металлами оказывается вполне омическим и базовые соотношения связывающие ток и силу остаются верными в достаточно большом интервале прикладываемых нагрузок.

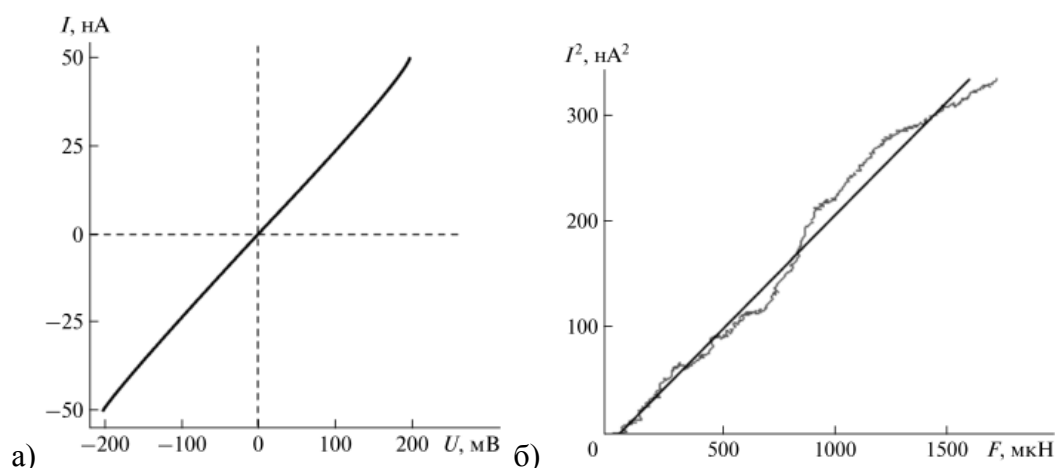


Рисунок 5.2 – а) Вольт-амперная характеристика контакта индентер-золото при постоянной силе прижима 0.8 мН [155] б) зависимость квадрата значения силы тока от силы прижима [155].

Взаимная увязка удельного электрического сопротивления материала и его твердости делает такой метод измерения электрических свойств неизвестных материалов неприемлемым для широкого промышленного применения, поскольку кроме электрических измерений требуются и механические измерения. Дополнительные нюансы в интерпретацию получаемых данных о контактном сопротивлении привносит наличие загрязнений и оксидной пленки. Избежать всех этих трудностей позволяет хорошо известный и широко используемый четырехзондовый метод измерения удельной электропроводности материалов. Однако в области СЗМ и при работе с гетерогенными материалами многозондовые методы либо неприменимы, либо существенно ухудшают пространственное разрешение при измерении электрических свойств, поэтому обсуждаемые в данной главе подходы, безусловно, интересны при исследовании электрических свойств с субмикронным латеральным пространственным разрешением.

5.2 Электрический ток при динамическом контакте индентора с поверхностью.

Расчеты и экспериментальная проверка.

Рассмотрим задачу прижима осциллирующего индентора к образцу. В случае упругого взаимодействия по модели Герца из соотношений (4.1) и (1.29) следует связь контактного радиуса с вертикальной координатой положения индентора:

$$a(t) = \sqrt{-rz}. \quad (5.7)$$

Учитывая (5.1), среднее значение тока может быть представлено в виде:

$$I_a = \frac{\omega}{2\pi} \int_0^{\frac{2\pi}{\omega}} \frac{U}{\rho_1 + \rho_2} 2a(t) dt, \quad (5.8)$$

Учитывая (5.7) и (3.61) и с заменой ($\xi = z_0/A$) получаем:

$$I_a = \frac{2U}{\rho_1 + \rho_2} \frac{\sqrt{AR}}{\pi} \begin{cases} \sqrt{2} \left(2E_{\text{elliptic}} \left[\frac{1-\xi}{2} \right] - (1+\xi) K_{\text{elliptic}} \left[\frac{1-\xi}{2} \right] \right) ; |\xi| < 1 \\ 2\sqrt{-1-\xi} E_{\text{elliptic}} \left[\frac{2}{1+\xi} \right] ; -\xi > 1 \end{cases}. \quad (5.9)$$

Для предельных случаев получаем:

$$I_a = \frac{2U}{\rho_1 + \rho_2} \begin{cases} \sqrt{RA} \frac{(1-z_0/A)}{2\sqrt{2}} ; z_0/A \lesssim 1 \\ \sqrt{-Rz_0} ; -z_0/A \gg 1 \end{cases}. \quad (5.10)$$

Приборы, использующие гибридные пьезорезонансные датчики, регистрирует именно среднюю за период колебаний силу F_a , которая для упругого случая вычислена в разделе 4.2 (см. (4.9)). В предельных случаях – начального участка касания поверхности ($\xi \lesssim 1$) и в случае больших по сравнению с амплитудой колебаний углублений ($-\xi \gg 1$) формула (4.9) заменяется зависимостью (4.10). Отбрасывая слагаемые высшего порядка малости из соотношений (4.9) и (4.10) получаем:

$$F_a = \begin{cases} I_a^2 \frac{E^*}{\sqrt{2}} \sqrt{\frac{A}{R}} \left(\frac{\rho_1 + \rho_2}{U} \right)^2, & z_0/A \lesssim 1 \\ \frac{1}{6} I_a^3 \frac{E^*}{R} \left(\frac{\rho_1 + \rho_2}{U} \right)^3, & \frac{z_0}{A} \ll -1 \end{cases}. \quad (5.11)$$

Из данных соотношений следует, что при больших по сравнению с амплитудой колебаний углублениях в материал отношение $\frac{F_a}{I^3}$ становится постоянной величиной: так же как и в случае квазистатического упругого нагружения (см. (5.4)).

Интересным является тот факт, что на начальном участке взаимодействия ($z_0/A \lesssim 1$) остается постоянным отношение $\frac{F_a}{I^2}$, как и в случае чисто пластического нагружения. Первое уравнение системы (5.11) может быть получено из уравнения (5.6) заменой $H \rightarrow \frac{4}{\pi\sqrt{2}} E^* \sqrt{\frac{A}{R}}$.

В предельных случаях упругого колебательного взаимодействия сдвиг резонансной частоты $\Delta f = \frac{\omega - \omega_0}{2\pi}$ описывается системой (4.6), из которой вместе с уравнением (5.10) следует (в предположении $\omega - \omega_0 \ll \omega_0$):

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \begin{cases} I_a^2 \left(\frac{\rho_1 + \rho_2}{U} \right)^2 \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{AR}} \frac{E^*}{k_0} & z_0/A \lesssim 1 \\ I_a \frac{1}{2} \frac{E^*}{k_0} \frac{(\rho_1 + \rho_2)}{U} - & z_0/A \gg 1 \end{cases}. \quad (5.12)$$

То есть инвариантными по отношению к глубине погружения при упругом внедрении в гомогенный материал становятся отношения $\frac{\Delta f}{I_a^2}$ для начального участка кривой подвода и $\frac{\Delta f}{I_a}$ при больших углублениях. При этом, поскольку эти величины не зависят от величины заглубления индентора в поверхность, то при измерениях локального удельного сопротивления данные о глубине носят вспомогательный характер и фактически влияют лишь на степень локальности измерений, через размер контактного пятна. По этой же причине инвариантности установленных взаимоотношений по отношению к глубине внедрения, такой метод может быть использован для картографирования электрических свойств материала прямо во время сканирования формы поверхности.

Случай колебаний острия при наличии пластической деформации сводится к рассмотренному выше случаю упругой деформации, если считать что радиус его кривизны R соответствует «эффективной форме индентора» (см. рис. 1.12). Данная ситуация отвечает случаю, когда скорость поступательного углубления в образец намного меньше скорости колебаний $A\omega$: в таком случае можно считать, что за каждый период колебаний зонд практически не углубляется в поверхность, а значит упруго взаимодействует с образовавшимся

углублением (положение пункта 4.4 об упругом характере повторных нагружений поверхности).

В рамках такого подхода первое уравнение системы (5.12) уже не задает инвариантных по отношению к углублению соотношений, так как в процессе нагружения изменяется радиус R , соответствующий эффективной форме индентора. Тем не менее, для случая $-z_0/A \gg 1$ второе уравнение системы (5.12) остается в силе.

В дополнение к полученным аналитическим зависимостям можно заметить, что хотя выражения (4.5), (4.9) и (5.9) содержат довольно сложные функции в виде эллиптических интегралов, можно связать входящие в них величины F_a , I_a , и $\omega = 2\pi f$ с помощью простого уравнения:

$$F_a = h \left(\frac{I_a \rho_1 + \rho_2}{U} E^* + \frac{A^2}{h^2} \left(\frac{5}{6} k_0 \left(1 - \frac{f_0^2}{f^2} \right) - \frac{I_a \rho_1 + \rho_2}{U} E^* \right) \right). \quad (5.13)$$

Важной особенностью данного соотношения является отсутствие в нем радиуса кривизны острия индентора R . Учитывая указанное выше замечание о том, что при пластической деформации следует рассматривать упругие колебаний острия с радиусом кривизны R , соответствующим «эффективной форме индентора», можно утверждать, что уравнение (5.13) будут верным и для случая наличия пластической деформации в исследуемом материале.

Экспериментальная проверка второго уравнения системы (5.10) и уравнения (5.12) была проведена в работе [155]. Соответствующие кривые представлены на рисунке 5.3.

Проведенный анализ и экспериментальные исследования показали реализуемость процедуры измерения удельной проводимости токопроводящего материала с использованием пьезорезонансного зонда с проводящим индентором. Ключевым моментом при такого рода измерениях является возможность исключения детальной информации о форме кончика индентора из окончательного выражения для удельного сопротивления материала за счет совместной обработки информации о величине сдвига резонансной частоты используемого зонда и величине электрического сопротивления контактной области.

Небольшой разброс данных (отклонение от линейной зависимости менее 10 %) говорит о хорошем метрологическом потенциале данного метода за счет осреднения массива данных соответствующего всей токовой кривой подвода.

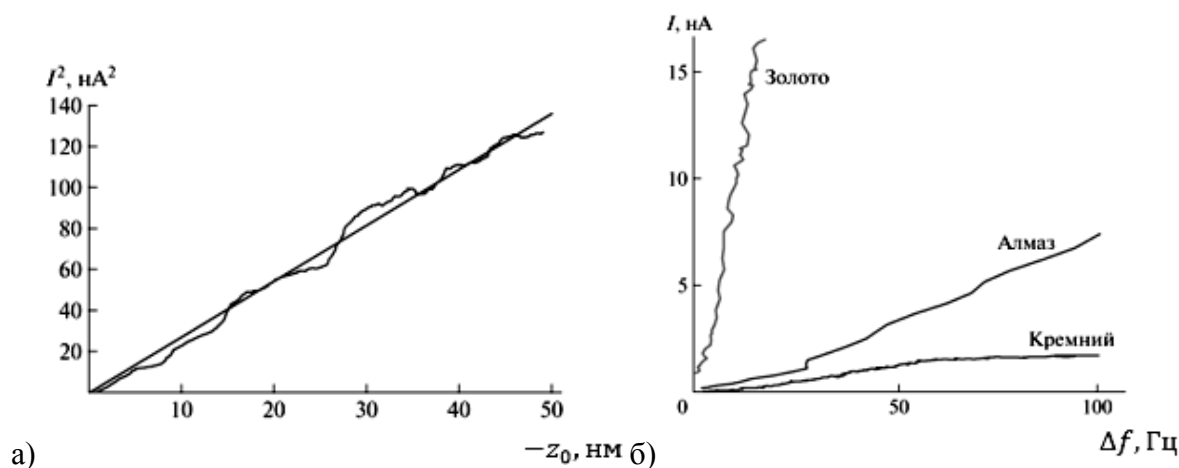


Рисунок 5.3 – а) Зависимость $I_a^2(-z_0)$, полученная при нагружении алмаза, легированного бором. Напряжение 5В, максимальная сила нагружения 0.5 мН б) зависимость $I_a^2(\Delta f)$, напряжение смещения: 0.5 В для кремния и алмаза, 0.1 В – для золота.

Использование комплексного подхода, предполагающего контроль как величины тока, так и сдвига резонансной частоты, позволил получить ряд выражений инвариантных по отношению к глубине погружения зонда в исследуемый материал и тем самым повысить точность измерения удельного сопротивления с помощью кривых подвода и картографирования электрических свойств во время сканирования формы поверхности.

5.3 Режим токового сканирования поверхности и измерения карт электропроводимости

Режим электрических измерений был полноценно реализован в целом ряде модификаций приборов семейства «НанСкан» и их моделей, выпускаемых под маркой НТ-МДТ и работающих в составе зондовых нанолaborаторий «Интегра-Прима». В данном разделе будут представлены результаты, демонстрирующие работоспособность предложенных подходов и возможность проведения токовых измерений с пространственным латеральным разрешением существенно лучше 100 нм. Основным фактором, ограничивающим пространственное разрешение при электрических измерениях, оказалась быстрая деградация кончика токопроводящего индентора при осуществлении токовых измерений. Так инденторы из легированного бором черного алмаза достаточно быстро затуплялись при токовых измерениях и их кончики становились плоскими. Парные микрофотографии хороших и полностью «убитых» инденторов представлены на рисунке Рисунок 5.4

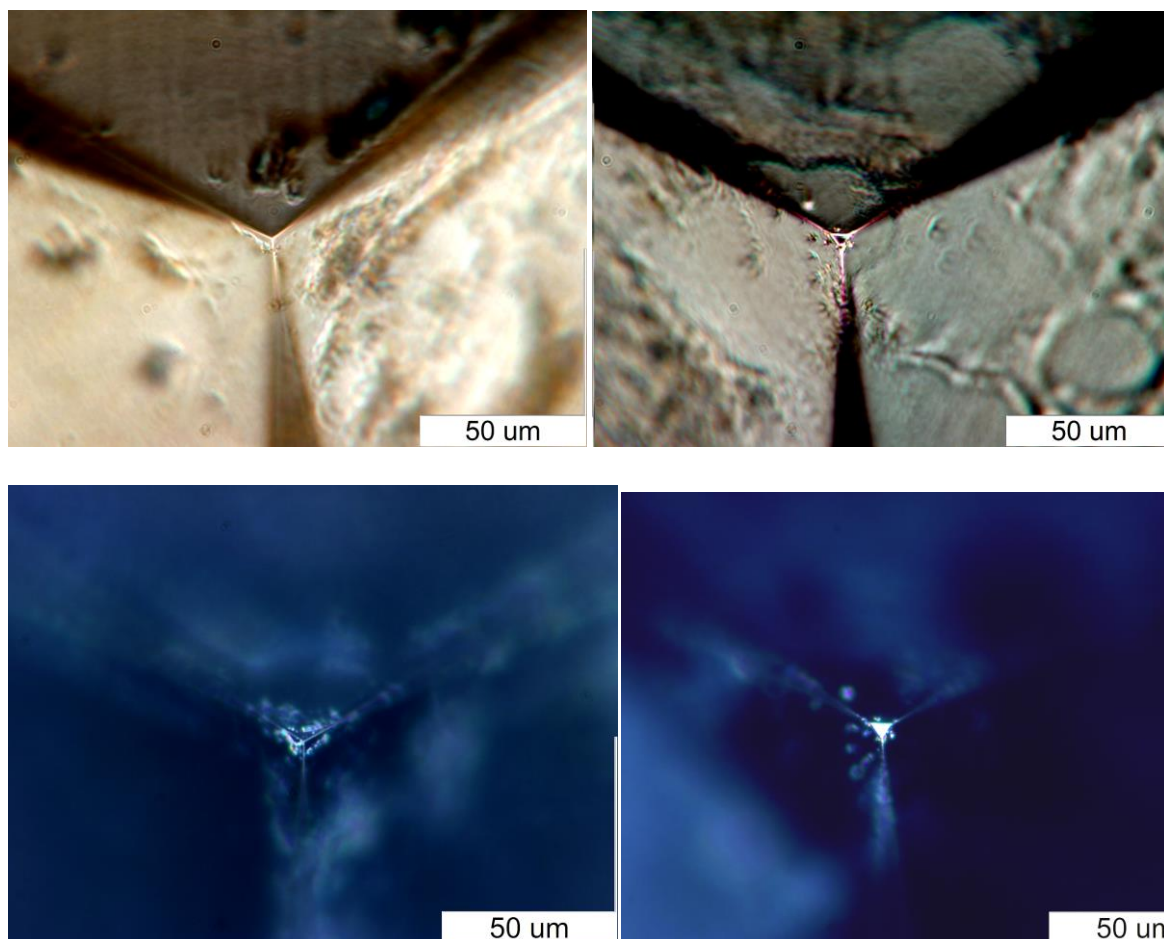


Рисунок 5.4 – Парные микрофотографии хороших острых и поработавших инденторов с плоской вершинкой.

Такая деградация кончика, по-видимому, связана с разного рода электрохимическими процессами, происходящими в области контакта при протекании электрического тока, в том числе и через пленку воды, покрывающую в обычных условиях любую поверхность. В этом плане алмаз не является идеальным материалом для токопроводящих инденторов именно в силу своей достаточно высокой химической активности и склонности к реагированию и с кислородом, и с водородом.

На рисунке 5.5 приведены карты рельефа, амплитуды колебаний и протекающего через острие зонда тока для композиционного материала $\text{MgB}_2 + \text{MgO}$. На токовой карте наблюдаются проводящие участки, соответствующие включениям MgB_2 . Образец представлял из себя спеченный и отполированный конгломерат смеси мелкодисперсных порошков MgB_2 и MgO , заключенный в обойму из сплава Вуда.

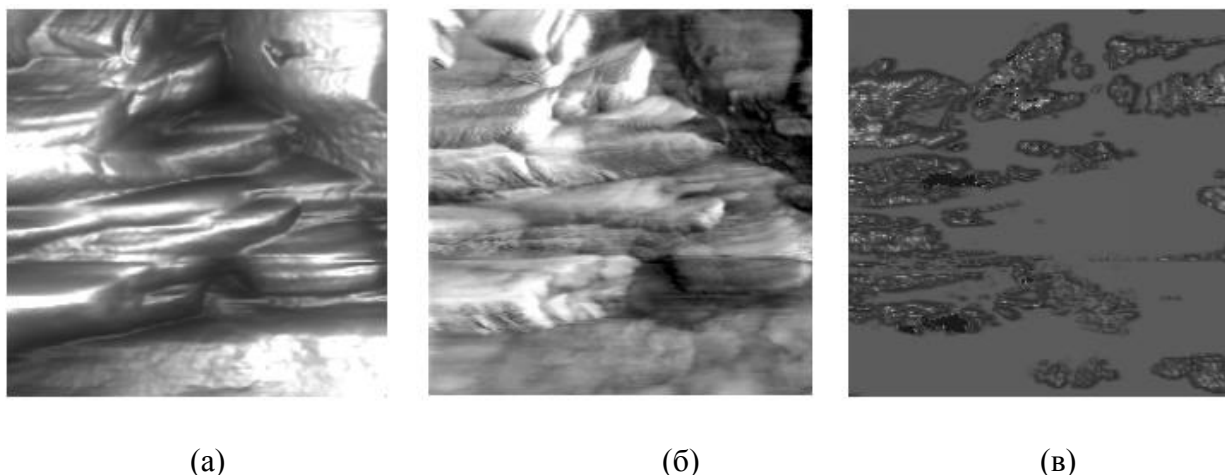


Рисунок 5.5 – Рельеф (а), амплитуда колебаний (б) и ток растекания (в) поверхности композиционного материала. Размер изображений 7х7 мкм, диапазон токов 5 нА. Светлые (проводящие) участки соответствуют включениям MgB_2

В большинстве случаев целью токовых исследований является выявление различий в проводимости поверхностных областей, структур или включений. На рисунке 5.6 приведены примеры карты рельефа поверхности и проводимости секционировано легированного бором алмаза. На карте тока растекания видна граница раздела областей с концентрациями бора $N \sim 1 \cdot 10^{11}$ и $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$. Ширина переходной области менее 100 нм.

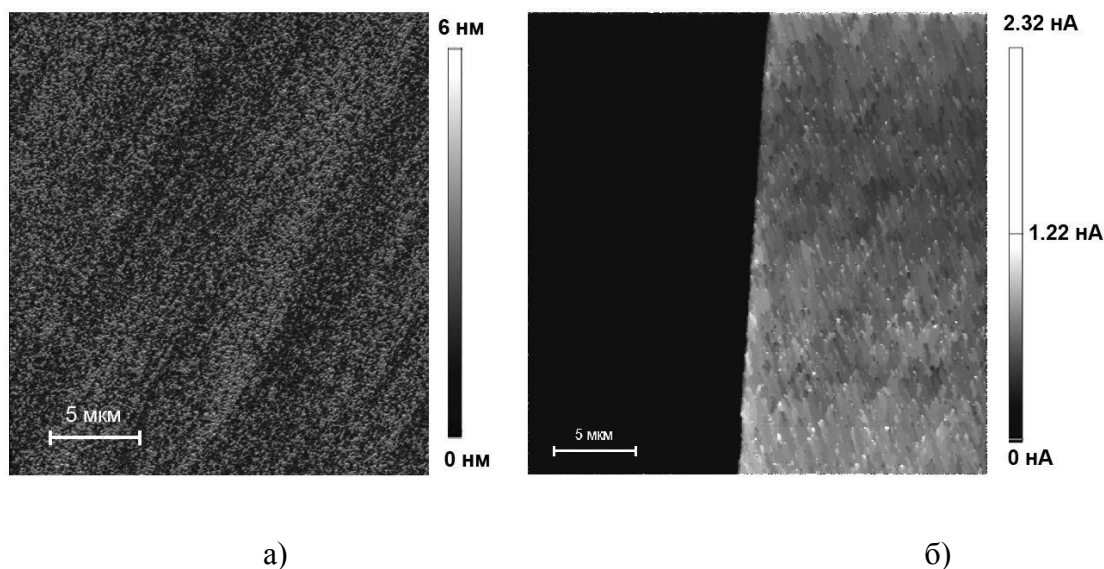


Рисунок 5.6 - Изображение поверхности легированного бором алмаза в месте границы областей с концентрациями бора $N \sim 1 \cdot 10^{11}$ и $5 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-3}$: а) рельеф; б) карта тока растекания при напряжении смещения $5V$.

Измерение вольтамперных характеристик (ВАХ) в области контакта производится при остановке острия индентора в заданной точке поверхности. Для этого на изображении отсканированной поверхности выбираются точки, в которых требуется измерить ВАХ, зонд подводится в заданную область, задается сдвиг частоты зонда, затем запускается алгоритм измерения кривой подвода к образцу. После измерения кривой подвода токопроводящее острие не отводится от поверхности и остается частично внедренным, сила прижима зависит от установленного сдвига частоты на кривой подвода, таким образом, осуществляется регулировка силу прижима к поверхности. Далее производится развертка напряжения от начального значения к конечному, то есть снятие ВАХ. После этого зонд отводится от поверхности.

На рисунке 5.2 была приведена ВАХ, измеренная на образце золота (в отсутствие окисных пленок и других факторов, влияющих на сопротивление контакта), линейность представленной ВАХ указывает на омический характер всех участвующих в измерительной цепи участков: контакта при креплении иглы на зонд и контакта острия иглы с пленкой золота. Локальное сопротивление области контакта при сдвиге резонансной частоты 25 Гц составило 250 кОм.

На рисунке 5.7 представлены ВАХ, измеренные с помощью зонда из алмаза, легированного бором с концентрацией $5.5 \times 10^{16} \text{ см}^{-3}$. ВАХ сняты в режиме жесткого контакта с поверхностью исследуемого вещества, при силах прижима в диапазоне от 0.1 до 2 мН. Радиус области контакта варьировался от 20 до 200 нм в зависимости от нагрузки на зонд. Наблюдается неодинаковый характер проводимости области контакта на различных участках микросхемы: от металлического до диодного.

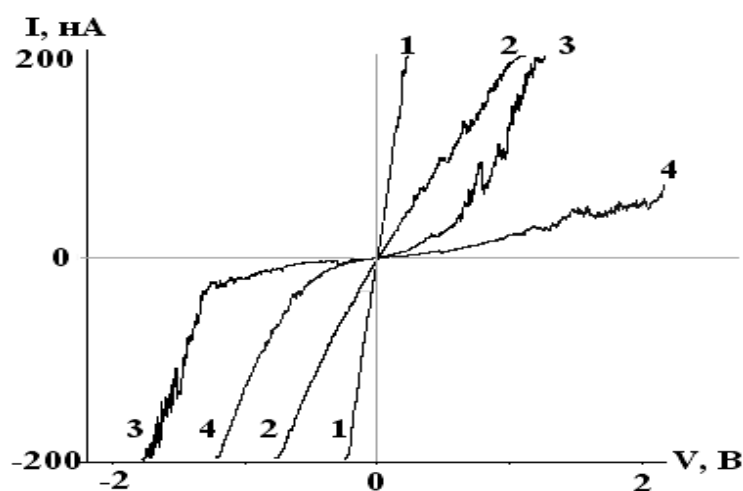


Рисунок 5.7 - ВАХ на различных участках кремниевой микросхемы.

Кривая 1,2 – омическая проводимость, кривые 3, 4 - диодная проводимость.

На рисунке 5.8 представлены картина тока растекания и ВАХ на поверхности полированной пластины искусственного алмаза, выращенного в ФГУ ТИСНУМ методом НРНТ [156,157]. На изображении 5.8.а видны области с меньшей проводимостью. Были измерены ВАХ в различных областях. ВАХ имеют ассиметричный вид в диапазоне от -10 В до +10 В. Напряжение прикладывалось к образцу, индентор заземлен. Диодный вид ВАХ соответствует полупроводниковому характеру проводимости легированного бором алмаза, а напряжения открытия образующихся в области контакта точечных диодов (2-3) В хорошо коррелируют с шириной запрещенной зоны полупроводящего алмаза – 4 эВ.

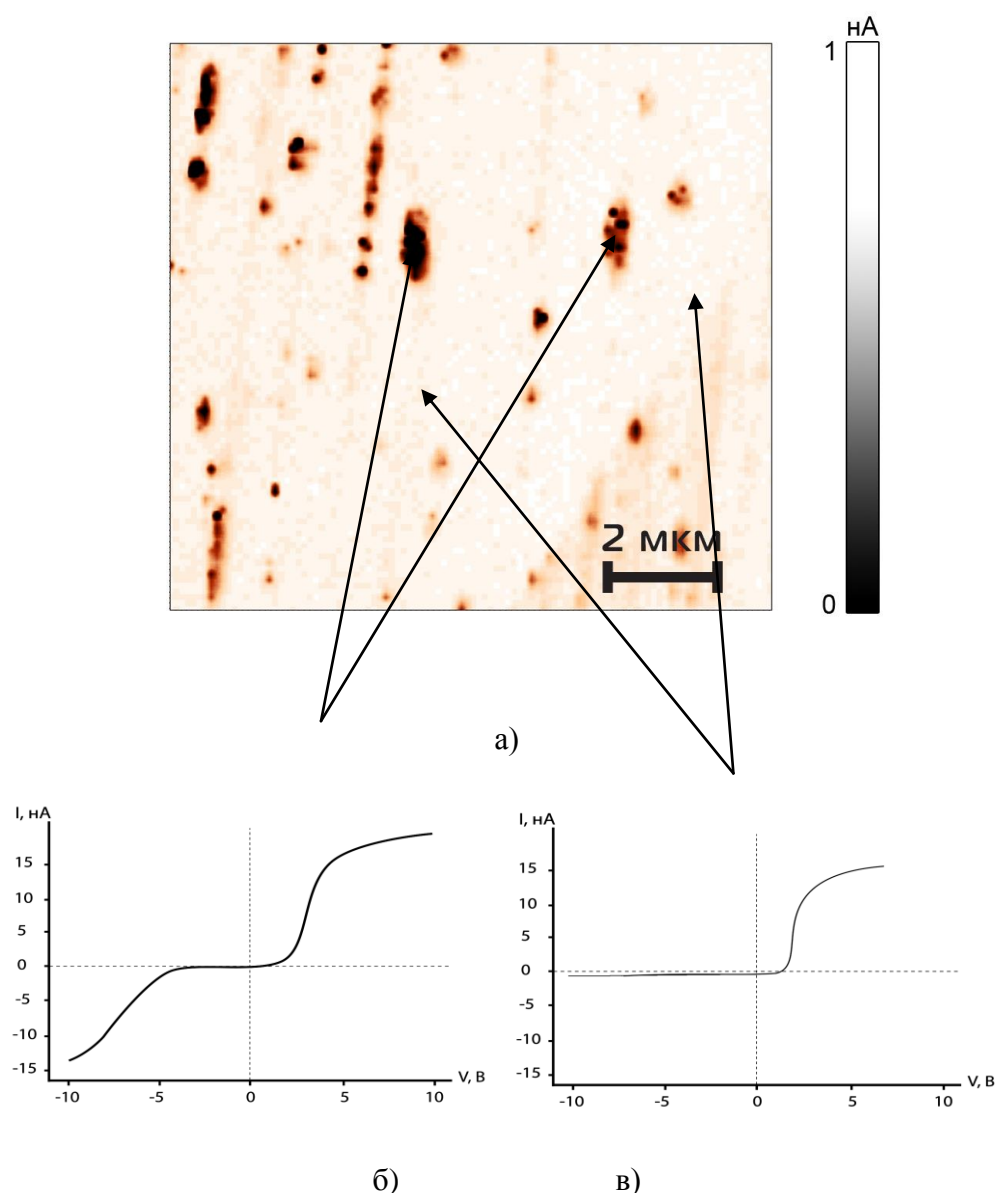


Рисунок 5.8 а) – картина тока растекания, б) и в) - вольтамперные характеристики участков в указанных областях поверхности легированного бором искусственного монокристалла алмаза.

Аналогичному исследованию была подвергнута многослойная структура $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2/\text{Si}$. Она представляла собой кремниевую подложку со слоем SiO_2 толщиной 0.5 нм, на которой методом послойного атомного осаждения был нанесен слой HfO_2 толщиной 3 нм, рисунок 5.9. После отжига при температуре 900°C произошло разрушение оксидного слоя HfO_2 , и модификация поверхности кремния в квадратных областях (исходно покрытых HfO_2).

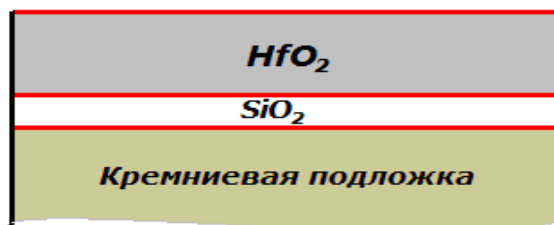


Рисунок 5.9 - Многослойная структура $\text{HfO}_2/\text{SiO}_2/\text{Si}$. При отжиге происходит разрушение слоя HfO_2 , и открывается проводящая поверхность кремния.

В отличие от непроводящей поверхности оксида кремния, модифицированные области оказались локально проводящими и с характерной высотой рельефа около 20 нм, рисунок 5.10.

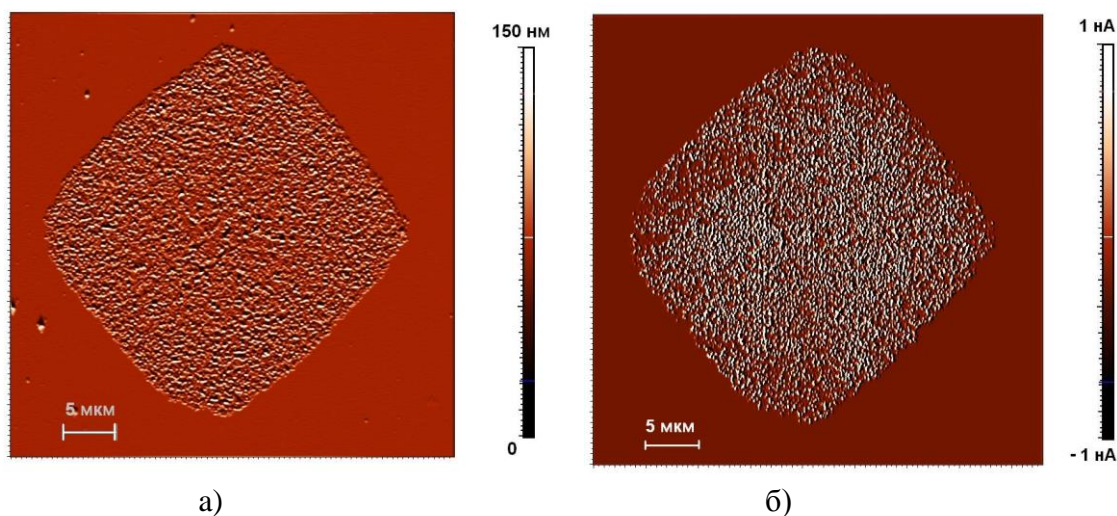


Рисунок 5.10 Рельеф поверхности (а) и ток растекания (б) модифицированной области образца. На образец подавалось напряжение +10 вольт, потенциал острия был равен нулю.

С целью локального разрушения образца была нанесена царапина шириной 1 мкм и длиной 10 мкм, захватывающая область чистого кремния и область кремния с оксидом гафния, рисунок 5.11а. Измеренная после этого карта тока растекания при напряжении представлена на рисунке 5.11б. Явно выражен контраст по току в области царапины. Только что разрушенная поверхность кремниевой подложки продемонстрировала более высокую проводимость в сравнении с окружающей ее поверхностью кремния. По-видимому, это обусловлено

существенно меньшей толщиной и прочностью свежего слоя окиси кремния. Образец для исследования был предоставлен компанией НТ-МДТ, г. Зеленоград.

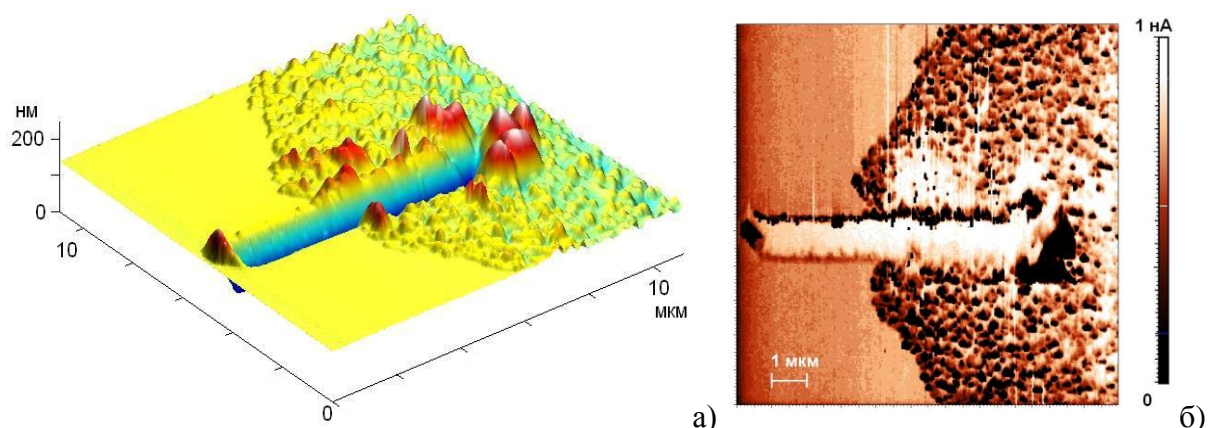


Рисунок 5.11 - Царапина на границе областей HfO_2 и SiO_2 . а) рельеф, б) карта тока растекания.

С целью изучения характера разрушения металлических проводников на поверхности кристаллических полупроводников был исследован образец, представляющий собой упорядоченную структуру из золотых полос толщиной 100 нм, напыленных на кремний покрытый слоем SiO_2 - рисунок 5.12. Напряжение +5 В подавалось на пленку золота.

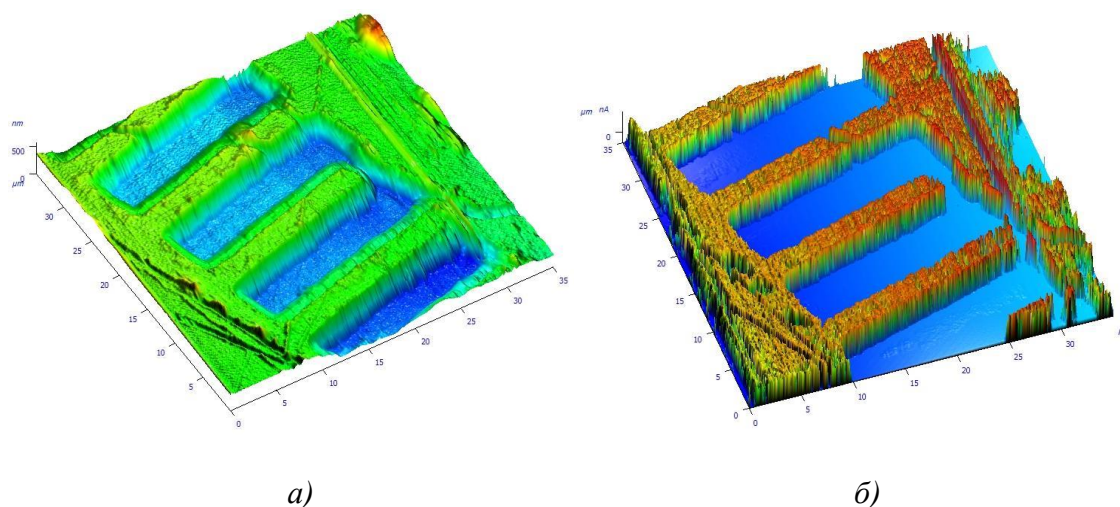


Рисунок 5.12 - Изображение топографии (а) и сопротивления растекания (б) для пленки золота на кремниевой подложке.

Задачей эксперимента было отделить путем нанесения царапины участок на одной из токопроводящих полос золота, так, чтобы оставшийся островок не имел токовой связи с

остальной поверхностью золота. Для этого было нанесено несколько последовательных царапин, с нарастающей нагрузкой.

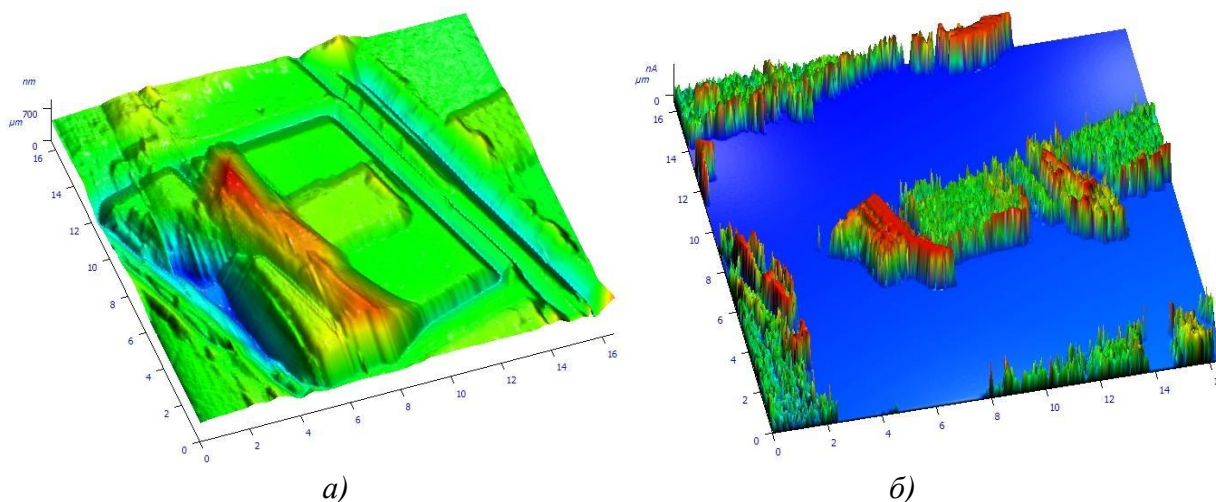
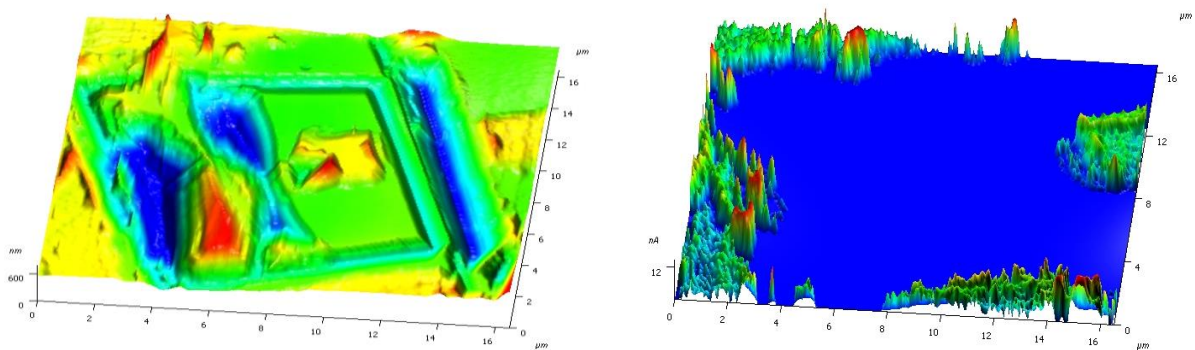


Рисунок 5.13 - Изображение топографии (а) и сопротивления растекания (б) для пленки золота после проведения серии царапин с нарастающей нагрузкой.

На рисунке 5.13 представлены изображения топографии и тока растекания после нанесения серии царапин по периметру отделяемого участка пленки. После такой модификации структуры электрический контакт между отрезанным островком и пленкой золота сохранился. То есть при царапании на глубину 100 нм, соизмеримую с толщиной пленки золота, индентор не «отрезает», а сминает слой золота на поверхности, оставляя электрический контакт с внешним массивом проводника.

При повторном царапании с увеличенной нагрузкой на зонд удалось отделить островок золотой пленки от остального массива. Глубина царапания при этом существенно превысила толщину пленки и достигла 300 нм, рисунок 5.14.

Понятно, что в описываемом режиме работы без контроля статической составляющей силы прижима и амплитуды колебаний острия зонда токовые измерения носят качественный характер и не позволяют количественно охарактеризовать величину локального значения электропроводности исследуемого материала. При такой схеме работы для численной привязки снятой карты электропроводности необходимы выборочные измерения в интересующих точках методом кривых подвода. При реализации полномасштабной характеристики процесса сканирования, как при картографировании модуля Юнга и приведенной твердости в главе 7 данной диссертации.



а)

б)

Рисунок 5.14 - Изображение топографии и тока растекания после отделения островка пленки золота. (а – рельеф, б - ток)

Представленные выше результаты по токовым измерениям были получены с использованием склерометрического модуля «НаноСкан», входящего в состав зондовой нанолaborатории Интегра, рисунок 5.15. Надо отметить, что «индентирующая голова» для ЗНЛ Интегра является серийным изделием, и соответственно, описанные и реализованные в данной главе методики и алгоритмы электрических измерений доступны для использования широкому кругу пользователей.

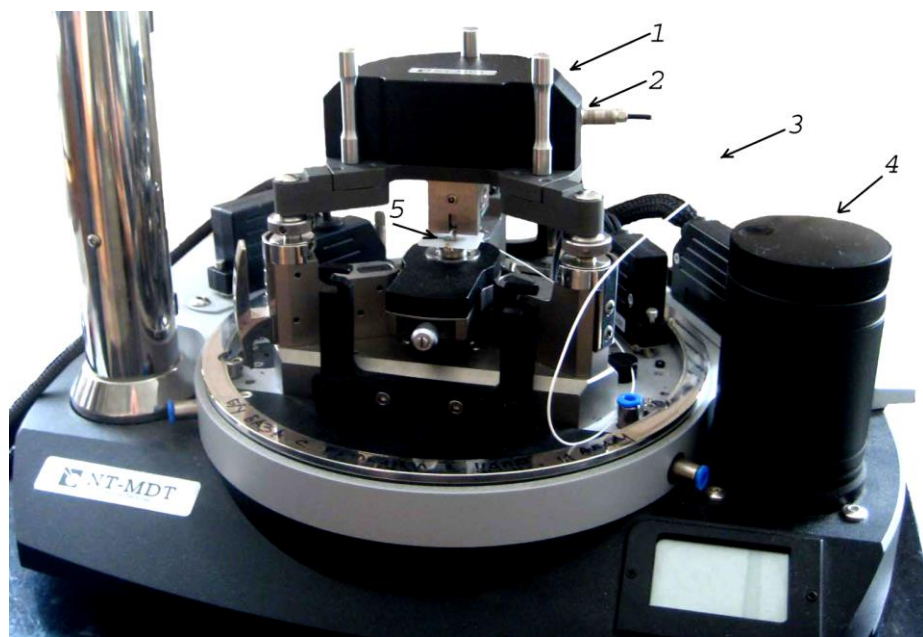


Рисунок 5.15 - Экспериментальная установка на базе ЗНЛ Интегра. 1 – модуль для наноиндентирования и склерометрии; 2 – гнездо подачи напряжения; 3 – соединительный кабель; 4 – рукоятка ручного подвода к поверхности; 5 – образец.

Устройство зонда, возможности и характеристики склерометрического модуля для ЗНЛ «Интегра-Прима» аналогичны используемому в «НаноСкан-3D» и описанному в предыдущих главах. Все рассмотренные в данной диссертации режимы измерения, включая токовые и измерение твердости и модуля Юнга во время сканирования, а так же метод инструментального индентирования реализованы и в ЗНЛ «Интегра-Прима».

Заканчивая обзор экспериментальных данных, демонстрирующих перспективность и возможность количественных измерений удельной электропроводности и электрических свойств тестируемых материалов и покрытий, хочется отметить, что приведенные в данной главе инвариантные, по отношению к глубине погружения острия зонда в поверхность, соотношения увязывают легко измеряемые физические величины и позволяют исключить из формул, соотносящих между собой удельную электропроводность и другие физические величины, такую неопределенную и видоизменяющуюся по ходу работы прибора характеристику, как форма острия токопроводящего индентора.

Глава 6 Анализ физических явлений, влияющих на амплитуду колебаний зонда

Существует множество физических факторов, влияющих на амплитуду колебаний резонансного зонда. Высокое значение добротности делает пьезорезонансный камертонный зонд достаточно чувствительным к разного рода диссипативным силам, возникающим в области контакта острия индентора с поверхностью. В данной главе будут рассмотрены два наиболее значимых для такого типа зондов механизмов потерь – вязкие потери в приповерхностном слое жидкости и потери, связанные с пластической деформацией образца в области контакта алмазного индентора с поверхностью. Также в данной главе будет рассмотрено возможное влияние схемы автогенератора на зависимость амплитуды установившихся колебаний от сдвига резонансной частоты, вызванного привнесенной контактной жесткостью.

6.1 Влияние слоя вязкой жидкости, находящейся на поверхности образца.

Расчет и результаты модельного эксперимента.

Рассмотрим задачу о растекании слоя вязкой жидкости, находящейся на плоской поверхности образца при осциллирующем движении зонда. Как было показано в разделе 1.8, подобная задача была решена для случая столкновения сферических тел в жидкости. Эта задача была решена для случая, когда тела погружены в бесконечный объем жидкости и движутся линейно. В данном случае предлагается провести рассмотрение для слоя конечной толщины и осциллирующего движения.

Рассмотрим два варианта формы кончика зонда. В случае «а» ([158] рис. 6.1а) зонд представляет собой тело цилиндрической формы с параболическим заострением, причем в процессе колебаний вся параболическая часть погружена в жидкость. В случае «б» (рис. 6.1б) вся поверхность зонда, погруженная в жидкость, является параболической.

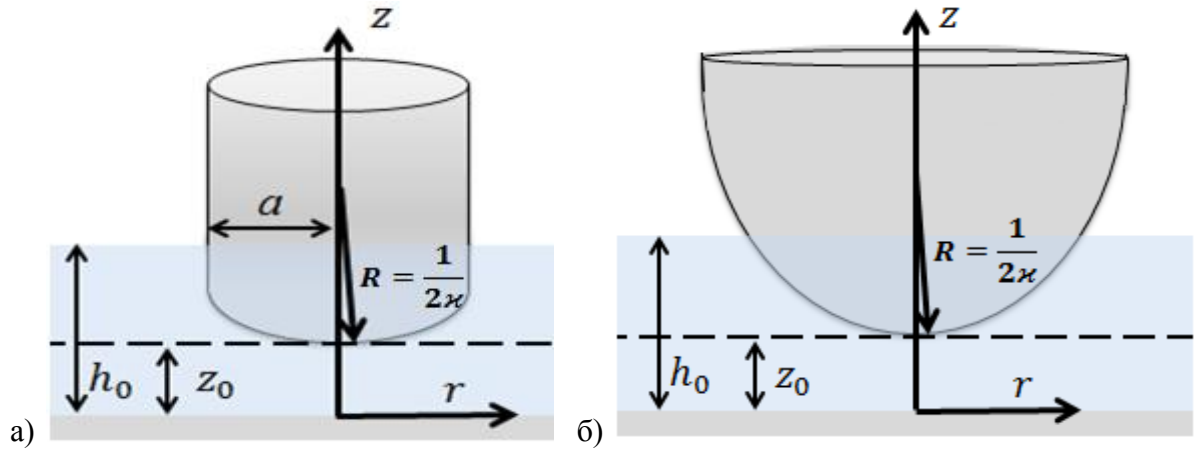


Рисунок 6.1 – Геометрия задачи о касании сферическим индентором твердой подложки, покрытой слоем вязкой жидкости.

Данную задачу удобно решать в цилиндрической системе координат, выбрав начало отсчета на пересечении поверхности образца с осью симметрии индентора. Для обоих случаев вводим обозначение:

$$H(r, 0) = z_0 + \kappa r^2. \quad (6.1)$$

Также предполагаем, что в обоих случаях зонд совершает гармонические колебания:

$$H(r, t) = z_0 + \kappa r^2 - A \cos(\omega t). \quad (6.2)$$

Для свободной поверхности жидкости граничное условие для давления имеет вид: $p(r, t) = 0$.

Для случая «а» и «б» это условие может быть записано в виде:

$$p_a(r, t) = 0, \forall r \geq a, \quad (6.3)$$

$$p_b(r, t) = 0, \forall r, t: H(r, t) \geq h_0. \quad (6.4)$$

В этом случае решения хорошо известного уравнения Рейнольдса (1.19):

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left(r H^3 \frac{\partial p}{\partial r} \right) = 12\mu \frac{\partial H}{\partial t}$$

для вариантов «а» и «б» приобретают вид:

$$p_a(r, t) = \begin{cases} \frac{3A\mu\omega \sin(\omega t)}{2\kappa} \left(\frac{1}{(z_0 + r^2\kappa - A\cos(\omega t))^2} - \frac{1}{(z_0 + a^2\kappa - A\cos(\omega t))^2} \right), & r < a \\ 0, & r \geq a \end{cases}, \quad (6.5)$$

$$p_b(r, t) = \begin{cases} \frac{3A\mu\omega\sin(\omega t)}{2\kappa} \left(\frac{1}{h_0^2} - \frac{1}{(z_0 + r^2\kappa - A\cos(\omega t))^2} \right), & H(r, t) \leq h_0 \\ 0, & H(r, t) > h_0 \end{cases}. \quad (6.6)$$

Можно показать, что с точностью до слагаемых порядка $o(\kappa h)$, выражение для силы представимо в виде:

$$F^{visc}(t) = \int_0^{r_1: p(r_1, t)=0} 2\pi r p(r, t) dr. \quad (6.7)$$

Тогда в случае «б» сила приводится к виду:

$$F_b^{visc}(t) = \frac{3\pi A\mu\omega(h_0 - z_0 + A\cos(\omega t))^2 \sin(\omega t)}{2h_0^2\kappa^2(-z_0 + A\cos(\omega t))}. \quad (6.8)$$

Можно вычислить вязкие потери, связанные с наличием слоя жидкости. Работа W , совершаемая силой вязкого трения за период:

$$W = \int_S (\vec{F} d\vec{s}) = \omega A \int_0^{2\pi} F(t) \sin(\omega t) dt. \quad (6.9)$$

Для случая «а» и случая «б» данные выражения имеют вид:

$$W_a = \frac{3\mu\pi^2 A \omega}{2\kappa^2} \left(\frac{z_0}{A} + \sqrt{\frac{z_0^2}{A^2} - 1} \right), \quad (6.10)$$

$$W_b = \frac{3\mu\pi^2 A \omega}{2\kappa^2} \left(\frac{A^2}{2h_0^2} \left(2\frac{h_0}{A} + \frac{z_0}{A} \right) + \frac{z_0}{A} + \sqrt{\frac{z_0^2}{A^2} - 1} \right). \quad (6.11)$$

Выражение (6.10) можно переписать, используя радиус кривизны индентора $R = \frac{1}{2\kappa}$:

$$W_a = 6\mu\pi^2 A \omega R^2 \left(\frac{z_0}{A} + \sqrt{\frac{z_0^2}{A^2} - 1} \right). \quad (6.12)$$

Как следует из выражений (6.10), (6.11), несмотря на то, что согласно выражениям (6.5), (6.6) и (6.7), (6.8) при $z_0 = A$ сила и давление обращаются в бесконечность, в случае мягкого касания индентора и поверхности работы W_a и W_b оказываются конечными величинами:

$$W_a = \frac{3\mu\pi^2 A \omega}{2\kappa^2}, \quad (6.13)$$

$$W_b = \frac{3\mu\pi^2 A \omega}{2\kappa^2} \left(\frac{1}{2} \frac{A^2}{h_0^2} + \frac{A}{h_0} + 1 \right). \quad (6.14)$$

Этот замечательный результат является ключевым для анализа вязких потерь при работе зонда в жидкости или с поверхностью, покрытой слоем смазки или грязи. Таким образом, аналитические сложности, связанные со стремлением работы вязких сил к бесконечности при подходе острия индентора к поверхности материала с отличной от нуля скоростью, легко преодолеваются в случае мягкого контакта острия с поверхностью.

Уход работы вязких сил в бесконечность при ударе острия по слою вязкой жидкости, с одной стороны, указывает на неприменимость подхода, при котором жидкость считается несжимаемой, а сталкивающиеся тела – абсолютно жесткими, а с другой, подтверждает тот факт, что вязкие потери в тонком слое жидкости могут быть значимыми и существенно превосходить величины, задаваемые формулами (6.13 и 6.14).

Как следует из раздела 1.7, типичные для комнатных условий толщины слоев адсорбированных веществ не превышают 1-2 нм. При этом на обычной поверхности, не проходившей специальную процедуру очистки, вполне может быть слой вязких веществ толщиной в десятки и сотни нм просто из-за различного рода примесей, присутствующих в традиционных средствах очистки поверхности – спирте и ацетоне.

Амплитуда колебаний пьезорезонансных зондов обычно находится в интервале от 10 нм до 100 нм и может превосходить толщину слоя вязкой жидкости, находящейся на поверхности образца. Тем не менее, полученные оценки выглядят вполне правдоподобными и для такой не совсем соответствующей условиям расчета задачи, поскольку основная доля работы вязких сил приходится именно на последние нанометры перед и после момента касания острия зонда и поверхности образца, поскольку именно в этой области сила вязкого сопротивления резко возрастает, рисунок 6.2.

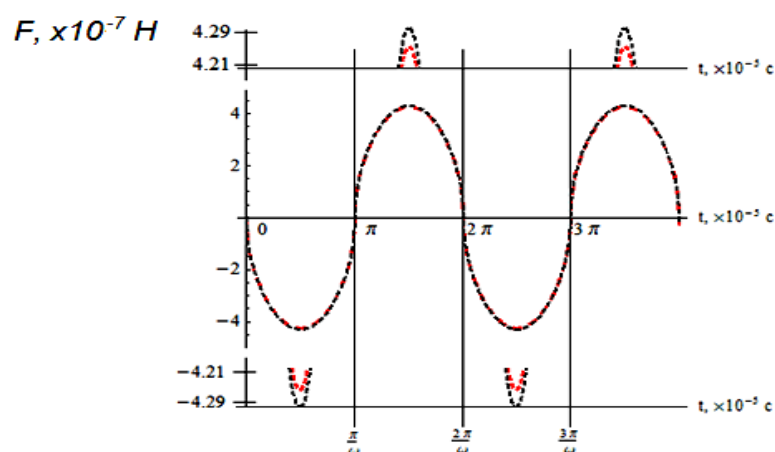


Рисунок 6.2 – Вязкая сила и расстояние от острия до поверхности как функции времени.

Полученные формулы однозначно применимы для достаточно толстых слоев жидкости, находящейся на поверхности. В случае $h_0 \gg A$ для колебаний зонда в слое воды ($\mu \sim 10^{-3}$ Па·с),

для достаточно тупых инденторов можно принять $\kappa \sim \frac{1}{2R} \sim 0.001 \text{ нм}^{-1}$, в таком случае для $A \sim 100 \text{ нм}$, $f = \frac{\omega}{2\pi} \sim 11.3 \text{ кГц}$ получаем $W_{diss} = W_a \sim 10^{-16} \text{ Дж}$, компонента $F_s \sim 0.33 \text{ нН}$, а мощность потерь $P_a \sim 10^{-11} \text{ Вт}$. Как следует из зависимостей, приведенных на рисунках 3.18, 3.19, подобные величины потерь не могут приводить к значимому падению амплитуды колебаний столь сильно возбужденного зонда, однако, при меньшем коэффициенте петлевого усиления K и, соответственно, меньших амплитудах возбуждения влияние вязкого слоя может быть вполне существенно.

Для оценки параметров слоя жидкости и значений амплитуды колебаний, при которых демпфирование становится значительным, рассмотрим второе уравнение системы (3.66), полагая, следуя (3.74): $F_s = -\frac{W_a}{\pi A} = \frac{3\mu\pi^2\omega}{2\beta^2}$:

$$A(\gamma_0 - \alpha K c_{lim} \beta R_1) \omega - 2\alpha U_0 K \left(\sqrt{1 + \frac{U_{lim}^2}{A^2 \beta^2 R_1^2 \omega^2}} - \frac{U_{lim}}{A \beta R_1 \omega} \right) = -\frac{3\mu\pi^2\omega}{2\kappa^2}. \quad (6.15)$$

Для приведенных в разделах 3.5 и 3.6 параметров зонда и автоколебательного контура ($\alpha \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $\beta \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $c_{lim} \sim 0.5$, $R_1 \sim 35 \text{ кОм}$, $\omega \sim 11.3 \text{ кГц} \cdot 2\pi$, $\gamma_0 \sim 0.37 \text{ Н} \cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$, $U_{lim} \sim 0.2 \text{ В}$, $U_0 \sim 7.1 \text{ В}$), можно построить зависимость отношения амплитуды A в случае колебаний до касания поверхности ($A = z_0$) в слое с вязкостью μ к амплитуде A_0 колебаний в отсутствие данного слоя. Соответствующие зависимости для амплитуд $A_0 = 5 \text{ нм}$ и $A_0 = 10 \text{ нм}$ представлены на рисунке 6.3. Для всех кривых параметр $\kappa \sim \frac{1}{2R} \sim 0.001 \text{ нм}^{-1}$, что соответствует вписанной в кончик зонда сфере радиусом 500 нм .

Как видно из рисунка 6.3, жидкости с вязкостями от $0.05 \text{ Па} \cdot \text{с}$ до $0.6 \text{ Па} \cdot \text{с}$, вполне могут вызвать демпфирование колебаний зонда с амплитудой $5\text{-}10 \text{ нм}$. Жидкостями, обладающими такими вязкостями, являются моторные масла классов $10\text{W-}50\text{W}$ и большинство бытовых и промышленных загрязнений поверхности [159].

Для изучения влияния вязких сил на работу гибридного резонансного зонда было проведено экспериментальное исследование, в ходе которого использовался зонд со специальными сапфировыми наконечниками, имеющими большой радиус кривизны кончика. Использовались острия с радиусом кривизны кончика 17 мкм и 54 мкм (параметр κ для этих инденторов составляет 0.12 мкм^{-1} и 0.037 мкм^{-1} соответственно).

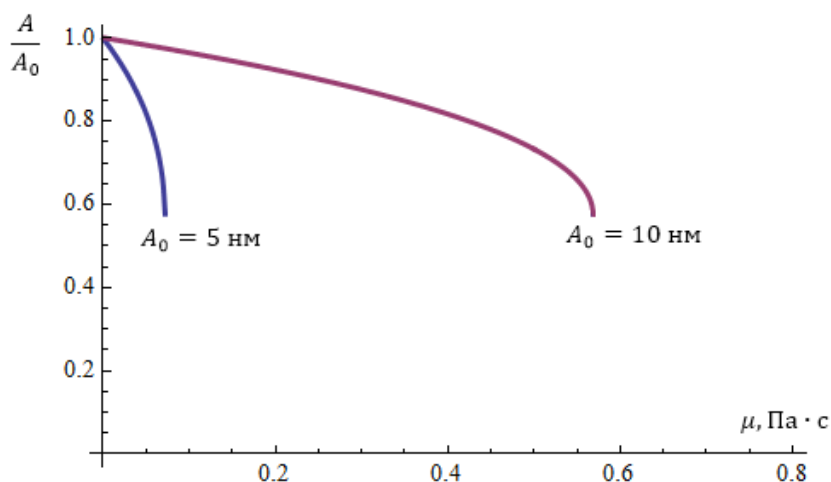


Рисунок 6.3 – Отношение амплитуды колебаний A в слое жидкости до касания твердой поверхности к амплитуде свободных колебаний A_0 для различных вязкостей жидкости.

Для каждого наконечника был осуществлен подвод зонда к чистой поверхности, а также к поверхности, покрытой слоем масла (вязкость 0.02 Пуаз) и вазелина (вязкость 0.5 Пуаз). Экспериментальные кривые представлены на рисунке 6.4. Красными показаны кривые для «острого» наконечника (радиус 17 мкм), черные кривые соответствуют «тупому» наконечнику радиусом 54 мкм. Линии, состоящие из точек, соответствуют погружению инденторов в слой вазелина, сплошные – погружению в слой масла, состоящие из штрихов – приближению зонда к чистой поверхности.

Условный «ноль» вертикальной координаты (место расположения твердой поверхности) был определен по точке, в которой частота автоколебаний начинает расти, то есть наступает жесткий контакт острия и поверхности. Данное предположение обосновано рассуждениями, приведенными в пункте 3.4 согласно которым рост частоты обычно обусловлен именно консервативными силами. Упругую консервативную силу дает контакт с твердой поверхностью, хотя подобный эффект может быть обусловлен и сжимаемостью жидкости. В данном случае сжимаемость не учитывается и предполагается, что ее влияние проявляется только при расстояниях от иглы до поверхности много меньших $\sim 0,1$ мкм.

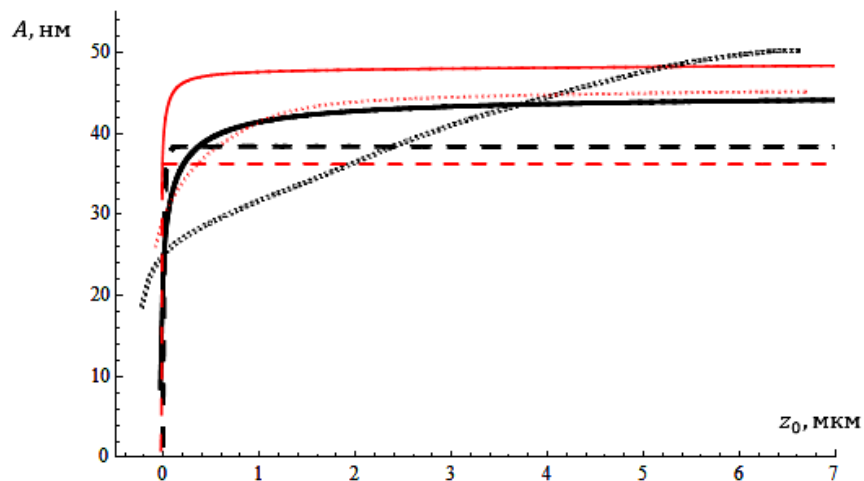


Рисунок 6.4 – Зависимость амплитуды колебаний зонда от вертикальной координаты по мере приближении различных зондов к различным поверхностям (см. описание в тексте).

Экспериментальные кривые, полученные в масле и вазелине, были сопоставлены с расчетными результатами. Использовались описанные выше значения параметров ($\alpha \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $\beta \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $c_{lim} \sim 0.5$, $R_1 \sim 35 \text{ кОм}$, $f = \omega/2\pi \sim 11.3 \text{ кГц}$, $\gamma_0 \sim 0.37 \text{ Н} \cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$, $U_{lim} \sim 0.2 \text{ В}$, $U_0 \sim 7.1 \text{ В}$). Параметр K для кривых был подобран так, чтобы теоретическое значение амплитуды A_0 , соответствующее свободным колебаниям (см. (3.82)), совпадало с экспериментальными значениями амплитуды колебаний в жидкости при больших удалениях от поверхности. Для амплитуд 45 нм, 49 нм, 39 нм, 36 нм значения K составили 0.208, 0.2112, 0.2032 и 0.2016 соответственно.

Были построены экспериментальные кривые $A(z_0)/A(z_0 = \max(z_0))$, которые затем были перенормированы так, чтобы их ордината при $z_0 = \max(z_0)$ совпадала с теоретической зависимостью. Итоговые зависимости приведены на рисунках 6.5, 6.6.

Разброс экспериментальных данных и величина ошибки не изображены на графиках, поскольку они носят в данном случае чисто иллюстративный характер, качественно подтверждая обсуждаемые зависимости. Точное количественное соотнесение расчетов и данных измерения затруднено в силу сложного характера реальной кривой амплитудного ограничителя присутствующего в тракте измерительного автогенератора

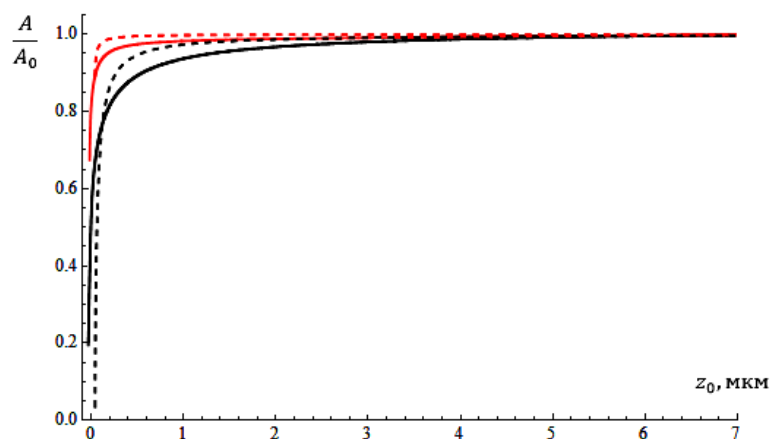


Рисунок 6.5 – Зависимость перенормированного отношения $\frac{A}{A_0}$ для колебаний «острого» (красная линия) и «тупого» (черная линия) наконечника в слое масла. Сплошные линии – экспериментальные зависимости, прерывистые – теоретические.

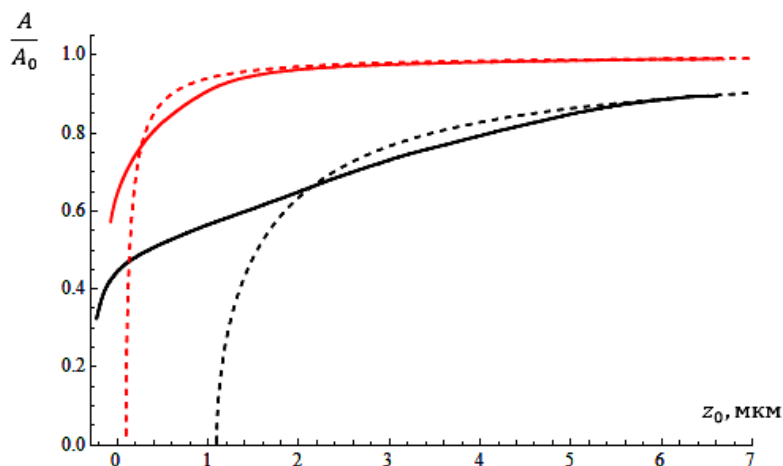


Рисунок 6.6 – Зависимость перенормированного отношения $\frac{A}{A_0}$ для колебаний «острого» (красная линия) и «тупого» (черная линия) наконечника в слое вазелина. Сплошные линии – экспериментальные зависимости, прерывистые – теоретические.

Как видно из представленных рисунков, теоретические кривые, верно отражая тенденцию экспериментальных зависимостей, не везде совпадают с ними. Отличие экспериментальных и теоретических кривых может быть обусловлено тем, что рассмотренная модель неточно описывает поведение реального прибора и не включает всех особенностей электронного автогенераторного тракта.

Проведенная экспериментальная проверка показала важность учета вязких сил при анализе работы пьезорезонансных зондов. Показано, что работа прибора в режиме поддержания

заданной амплитуды колебаний зонда существенно отличается от работы в режиме фиксированного сдвига резонансной частоты. Теоретически обосновано такое хорошо известное свойство приборов семейства «НаноСкан», как способность рисовать твердую и вязкую поверхность исследуемого образца, рисунок 3.4.

Кроме того установленные аналитические зависимости позволяют использовать такого рода зонды для исследования разного рода трибологических эффектов и изучения свойств смазочных материалов при предельно высоких контактных давлениях, когда происходит практически полное выдавливание смазочного материала из области взаимодействия контактирующих поверхностей.

Ключевым моментом для развития рассмотренных в данной главе подходов и разработки новых измерительных методик является возможность измерения текущей величины амплитуды колебаний кончика индентора или поддержание ее на постоянном уровне за счет цифрового управления коэффициентом петлевого усиления в тракте автогенератора в режиме реального времени [114].

6.2 Оценка влияния капиллярных эффектов

В обзорной главе раздела 1.6 были описаны механизмы капиллярного взаимодействия сферического тела и плоского образца в условиях находящегося между ними слоя жидкости. Описанные аналитические модели являются весьма облегченными, основываются на ряде упрощающих предположений, но позволяют оценить величину энергии, диссипируемой в области контакта из-за гистерезиса капиллярных сил (см. формулы (1.86)). Чтобы воспользоваться приведенными оценками, необходимо определить значения величин, входящих в формулы (1.80) - (1.82) – это параметры γ_{SV} , h_{ads} , a_{cont} , R . Для оценки величины h_{ads} заметим, что типичные значения величины адсорбированного слоя h_{ads} вплоть до относительной влажности $RH \approx 90\%$ обычно (согласно данным, представленным в разделе 1.7) меньше или порядка 1 нм. Для оценки примем $h_{ads} = 1$ нм. В таком случае величина d_{on} составит 2 нм. Оценку a_{cont} можно провести с использованием формул (1.29), (1.126). Из этих соотношений следует, что:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{E^*}{2\sqrt{2}} \frac{a_{cont}^4}{k_0(R_{tip}A)^{\frac{3}{2}}}. \quad (6.16)$$

Для типичного значения сдвига резонансных частот при сканировании в несколько Гц принимаем $\frac{\Delta f}{f_0} = 10^{-4}$. Примем значение константы жесткости веточек зонда $k_0 = 10^5$ Н/м, а

упругие постоянные, соответствующими контакту алмазного индентора с плавленнным кварцем: $E^* \approx 70.6$ ГПа. Радиус кривизны острия индентора берем равным $R \approx 100$ нм, что соответствует значению для нового зонда; амплитуду колебаний положим равной 10 нм. Тогда типичная величина контактного радиуса составит $a_{cont} \approx 10$ нм.

В соответствии с формулой (1.80) объем мениска будет порядка $V_{men} \approx 10^3$ нм³. Соответствующее расстояние отрыва $d_{off} \approx 10$ нм. Согласно разделу 1.6 выберем $\gamma_{SV} = 72 \frac{\text{мДж}}{\text{м}^2}$. В результате значение диссипируемой энергии составит

$$W_{diss} \approx \gamma_{SV} R h_{ads} \approx 10^{-17} \text{ Дж.} \quad (6.17)$$

Столь малое значение диссипируемой энергии способно изменить значение 10 нм амплитуды на ничтожно малую величину, согласно формуле (3.84) относительное изменение амплитуды составляет 10^{-3} , а при начальной амплитуде 100 нм $\sim 10^{-6}$. По этой причине для пьезорезонансных зондов, используемых в приборах «НаноСкан», данным эффектом практически всегда можно пренебречь. Рассмотренная здесь оценка верна при условии отрывного движения кончика зонда, когда 12 тысяч раз в секунду возникает и рвется жидкий мениск. В случае безотрывных колебаний влияние капиллярных сил на рассматриваемые пьезорезонансные зонды становится еще менее значительным.

Учитывая данные, приведенные в разделе 1.6, можно рассмотреть возможные механизмы обрыва мениска. Как было показано, увеличение радиуса кривизны зонда в 1.5 раза приводит к уменьшению критической скорости смены механизма отрыва мениска в 2 раза. В предположении такой зависимости скорости отрыва от кривизны острия зонда, можно ожидать, что для 100 нм сферы критическая скорость составит 2.5 см/с. Согласно (3.61) скорость V_{off} в момент отрыва можно получить из системы:

$$\begin{cases} z(t) = d_{off} \\ |z(\dot{t})| = V_{off} \end{cases} \quad (6.18)$$

Для случая $A=10$ нм, $d_{off} = 10$ нм, получаем $V_{off} = A\omega = 2$ см/с. Таким образом, рассмотренная выше оценка энергии потерь выглядит вполне правдоподобной. В действительности процесс растяжения и отрыва мениска может быть отличным от случая, когда мениск представляет собой единое целое (не разбит на несколько столбиков). В этом случае формула (1.79) становится неверной и полученные, исходя из нее, соотношения становятся оценкой сверху потерь, связанных с влиянием капиллярных эффектов. В реальной ситуации из-за влияния шероховатости поверхности и неровностей на инденторе вклад сил поверхностного натяжения может оказаться еще меньше.

6.3 Влияние вязкоупругих свойств образца на поведение резонансного зонда.

Аналитическая модель и экспериментальная проверка.

Механические свойства исследуемых образцов могут быть крайне разнообразны и для получения аналитических результатов практически всегда необходимы некие модельные допущения, превращающие реальную задачу в задачу решаемую аналитически. Есть широкий класс материалов, обобщенно называемый резинами или водоподобными. Это материалы, у которых модуль всестороннего сжатия во много раз больше модуля Юнга и сдвигового модуля. Такими свойствами обладают разного рода эластомеры, силиконы, натуральные и синтетические каучуки. Это материалы с коэффициентом Пуассона с $\nu \approx 1/2$, то есть как бы несжимаемые. При этом задача измерения их механических свойств и, в том числе, диссипативных потерь, связанных с периодической деформацией таких резиноподобных материалов, является вполне актуальной особенно для резин с твердыми наполнителями, гетерогенных и композиционных материалов.

В дальнейшем рассмотрении полагаем $\nu = 1/2$ и связь между напряжением и деформацией полагаем заданной выражением (1.112). Для определения функции релаксации $\phi(t)$ используем трехэлементную модель линейной вязкоупругой среды (рис. 1.27 В). Тогда согласно [10]:

$$\phi(t) = \frac{g_1}{g_1 + g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{t(g_1 + g_2)}{\eta}} \right). \quad (6.19)$$

Согласно формуле (1.114) при углублении в образец вида

$$h(t) = -z_0 + A \cos(\omega t), \quad (6.20)$$

для начального участка кривой подвода ($-z_0 < A < z_0$), зависимость силы от времени можно представить следующим образом:

$$F(t) = \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\frac{\text{ArcCos}[-\frac{z_0}{A}]}{\omega}}^{t * \text{Sign}[-t]} \frac{g_1}{g_1 + g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{(t-t_1)(g_1 + g_2)}{\eta}} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \sin(\omega t_1) \sqrt{-z_0 + A \cos(\omega t_1)} \right) dt_1. \quad (6.21)$$

Компоненты $F_s(F)$ и $F_c(F)$ (уравнения (3.63), (3.64)), относящиеся к изменению силы в рамках одного периода колебаний, можно записать как для возрастающей, так и для убывающей площади области контакта:

$F_S =$

$$\frac{\omega}{\pi} \int_{-\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}}^{\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}} \text{Sin}(\omega t) dt \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}}^{t * \text{Sign}[-t]} \frac{g_1}{g_1 + g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{(t-t_1)(g_1+g_2)}{\eta}} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \text{Sin}(\omega t_1) \sqrt{-z_0 + A \text{Cos}(\omega t_1)} \right) dt_1, \quad (6.22)$$

$F_C =$

$$\frac{\omega}{\pi} \int_{-\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}}^{\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}} \text{Cos}(\omega t) dt \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}}^{t * \text{Sign}[-t]} \frac{g_1}{g_1 + g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{(t-t_1)(g_1+g_2)}{\eta}} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \text{Sin}(\omega t_1) \sqrt{-z_0 + A \text{Cos}(\omega t_1)} \right) dt_1. \quad (6.23)$$

Введя параметр ξ (4.3) , а также обозначив

$$\zeta = \frac{g_1 + g_2}{\omega \eta}, \quad (6.24)$$

После несложных выкладок для компоненты F_S получаем выражение:

$$F_S = -\frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1 + g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0 + A} \int_0^{2\pi} dt_2 \left(\text{ArcCos}[\xi] \sqrt{\frac{\xi - \text{Cos} \left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi} \right) \text{ArcCos}[\xi] \right]}{-1 + \xi}} * \text{Sin} \left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi} \right) \text{ArcCos}[\xi] \right] * \frac{1}{2\pi(1 + \zeta^2)} * \left(\left(-1 + e^{\frac{(-2\pi + t_2)\zeta \text{ArcCos}[\xi]}{\pi}} \right) \text{Cos} \left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi} \right) \text{ArcCos}[\xi] \right] + \left(1 + e^{\frac{(-2\pi + t_2)\zeta \text{ArcCos}[\xi]}{\pi}} \right) \zeta \text{Sin} \left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi} \right) \text{ArcCos}[\xi] \right] \right) \right). \quad (6.25)$$

На начальном участке кривой подвода ($\xi \sim 1$), заменяя подынтегральное выражение приближенным выражением, верным при $\xi \sim 1$, и разлагая в ряд при $\zeta \sim 0$ получаем формулу:

$$F_S \approx -\frac{3}{2\pi} \sqrt{R} \frac{g_1^2}{g_1+g_2} A \sqrt{-z_0+A} * (1-\xi)^{5/2} \zeta. \quad (6.26)$$

Аналогичным образом можно определить компоненту F_C , заданную равенством (6.23).

Разложение полученных выражений в ряд по ζ в окрестности 0, а затем в ряд по ξ в окрестности $\xi = 1$ дает следующий результат для начального участка кривой подвода:

$$F_C = A \sqrt{2AR} (1-\xi)^2 \frac{g_1}{g_1+g_2} (g_1+g_2). \quad (6.27)$$

Далее рассмотрен другой предельный случай – достаточно большое углубление ($-z_0 \gg A$ или $\xi \ll -1$):

$$F(t) = \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\frac{\pi}{\omega}}^{t*Sign[-t]} \frac{g_1}{g_1+g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{(t-t_1)(g_1+g_2)}{\eta}} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \sin(\omega t_1) \sqrt{-z_0} \right) dt_1. \quad (6.28)$$

В этом случае, с учетом слагаемых первого порядка малости по параметру $1/\xi = z_0/A$ для компоненты F_S и с учетом нулевого порядка малости по этому параметру для компоненты F_C , равенства для F_S и F_C приобретают вид:

$$F_S = \frac{\omega}{\pi} \int_{-\frac{\pi}{\omega}}^{\frac{\pi}{\omega}} \sin(\omega t) dt \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\frac{\pi}{\omega}}^{t*Sign[-t]} \frac{g_1}{g_1+g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{(t-t_1)(g_1+g_2)}{\eta}} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \sin(\omega t_1) \sqrt{-z_0} \left(1 - \frac{A}{2z_0} \cos(\omega t_1) \right) \right) dt_1, \quad (6.29)$$

$$F_C = \frac{\omega}{\pi} \int_{-\frac{\pi}{\omega}}^{\frac{\pi}{\omega}} \cos(\omega t) dt \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\frac{\pi}{\omega}}^{t*Sign[-t]} \frac{g_1}{g_1+g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{(t-t_1)(g_1+g_2)}{\eta}} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \sin(\omega t_1) \sqrt{-z_0} \right) dt_1. \quad (6.30)$$

Такие интегралы берутся аналитически и с учетом обозначений (6.24) (4.3) получаем:

$$F_S = -\frac{2Ae^{-2\pi\zeta} g_1^2 \sqrt{-rz_0}}{3(g_1+g_2)\alpha(1+\zeta^2)^2(9+40\zeta^2+16\zeta^4)} \left(e^{2\pi\zeta} \left((1+\beta^2)(9+56\zeta^2+32\zeta^4) + 3\xi(9+40\zeta^2+16\zeta^4)(1+\pi(\beta+\zeta^3)) \right) - 3(3+9\xi+(11+40\xi)\zeta^2+8(1+2\xi)\zeta^4) \right), \quad (6.31)$$

$$F_C = Ag_1 \sqrt{r(-z_0)} \frac{4g_2\pi\zeta(1+\zeta^2)^2 + g_1(e^{-2\pi\zeta}(-1+\zeta^2)+1-\zeta^2+2\pi(\zeta+\zeta^3))}{\pi(g_1+g_2)\beta(1+\zeta^2)^2}. \quad (6.32)$$

Учет слагаемых нулевого порядка малости по параметру $1/\xi$ приводит к выражению для F_s вида:

$$F_s = -\frac{2}{\pi} A e^{-2\pi\zeta} g_1^2 \sqrt{r(-z_0)} \frac{(-1 + e^{2\pi\zeta}(1 + \pi(\zeta + \zeta^3)))}{(g_1 + g_2)(1 + \zeta^2)^2}. \quad (6.33)$$

Зависимость полученных сил от углубления z_0 , а также результаты численного интегрирования выражений (6.22) и (6.23) представлены на рисунках 6.7, 6.8. Константы жесткости g_1 , g_2 и коэффициент демпфирования η были выбраны равными $5.7 \cdot 10^7$ Н/м², $2.1 \cdot 10^8$ Н/м² и $8.6 \cdot 10^9$ Н/м², согласно данным [160], амплитуда колебаний взята равной 100 нм.

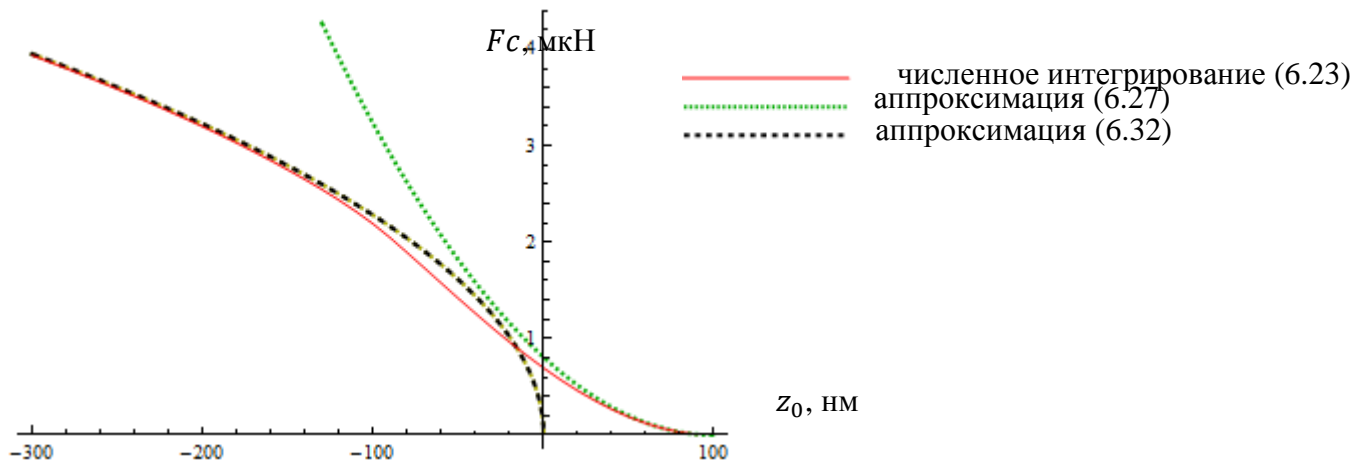


Рисунок 6.7 – Зависимость значения компоненты F_c от углубления z_0 для вязкоупругих сред.

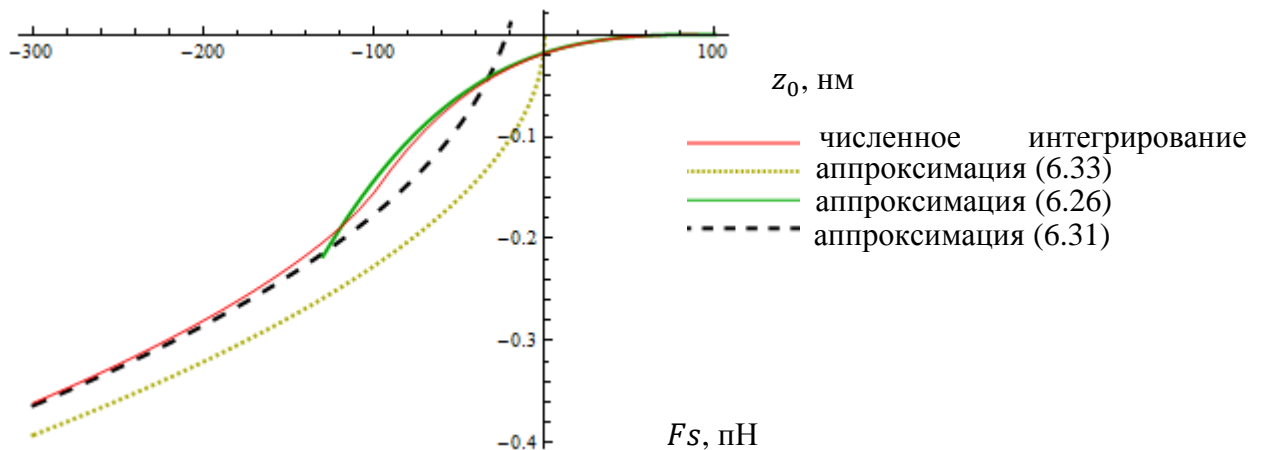


Рисунок 6.8 – Зависимость значения компоненты F_s от углубления z_0 для вязкоупругих сред.

С учетом произведенных в пункте 3.6 вычислений (см. формулу (3.84), а также (3.74)) в рассматриваемом случае ($Fs \sim 0.1$ пН при $z_0 = -100$ нм) относительное изменение для амплитуды колебаний 100 нм составит $\sim 10^{-10}$. Для случая 10 нм амплитуды ($Fs \sim 0.005$ пН при $z_0 = -10$ нм) относительное изменение амплитуды составляет $\sim 2 \cdot 10^{-9}$. Таким образом, потери, обусловленные вязкоупругими свойствами резинового образца, являются крайне незначительными. Этот результат хорошо согласуется с плохими звукопоглощающими свойствами сплошных резиновых покрытий и хорошей прыгучестью монолитных резиновых мячиков. Для того чтобы слой резины стал звукопоглощающим и хорошо гасил вибрации необходимо делать его с воздушными полостями или армировать материалами с более высоким, чем у резины модулем Юнга. Именно такие конструкции используются в гидроакустике и при разработке резиновых демпфирующих элементов.

Экспериментальная проверка факта крайней малости вязкоупругих потерь в силиконовых каучуках была проведена с использованием прибора «НаноСкан-4D», в состав которого входит модуль, осуществляющий инструментальное индентирование. Он конструктивно аналогичен прибору G200 (см. раздел 2.1 и рис. 2.1) и содержит емкостной датчик перемещения и электромагнитный узел нагружения. Резонансная частота системы подвеса индентора в воздухе составила 78 Гц, добротность 26. В качестве примера резиноподобного материала был выбран образец застывшего силиконового герметика. Для контроля его вязкоупругих свойств, алмазный индентор приводился с ним в контакт и при различных значениях силы прижима (вплоть до одного ньютона) были измерены АЧХ системы индентор + образец. Полученные кривые представлены на рисунке 6.9. Хорошо видно, что с ростом площади контакта индентора с материалом происходит сдвиг резонансной частоты и уменьшение отклика системы на постоянную по величине силу, изменяющуюся по гармоническому закону (рис. 6.9а). При этом добротность системы не претерпела заметных изменений и осталась той же, что и в свободном положении индентора, это хорошо видно из нормированных графиков АЧХ, представленных на рис 6.9 б.

Таким образом, теоретические расчеты и экспериментальные данные говорят о том, что вязкоупругие свойства большинства твердых и упругих тел не оказывают существенного влияния на добротность составной колебательной системы зонд + поверхность и не могут быть адекватно измерены с использованием резонансного зонда. Для того, чтобы такого рода измерения давали реальные значения, величина так называемого модуля вязких потерь, на частоте измерения должна быть не более чем в добротность зонда раз меньше модуля упругости (Юнга). Такие материалы безусловно существуют в природе – это разнообразные битумы,

смолы, пластилины, парафины и большинство пластиков вблизи температуры размягчения. В случае такого рода материалов приборы семейства «НаноСкан» уверенно регистрируют их вязкоупругие свойства [82].

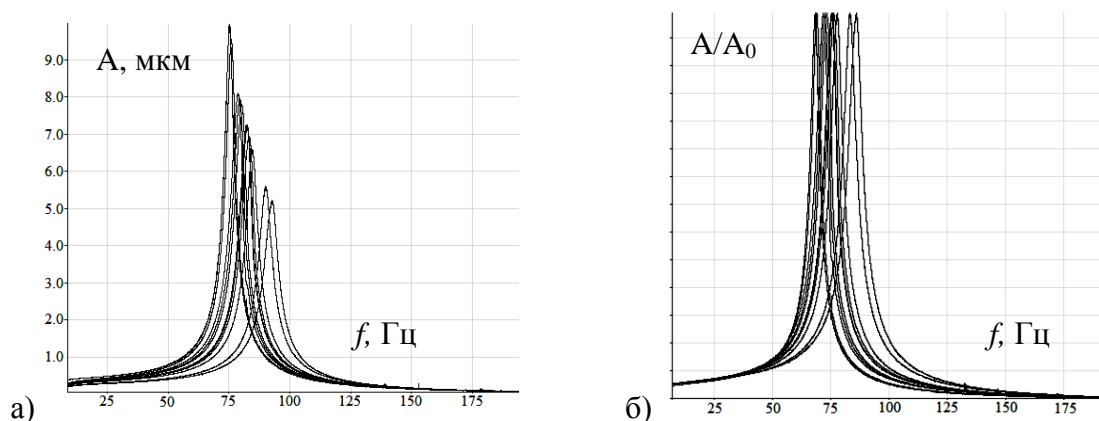


Рисунок 6.9 – Зависимость отклика от частоты при различных уровнях прижима а) исходные данные, б) отнормированные АЧХ

Исследование вязкоупругих свойств материалов является актуальной задачей и при ее решении обычно используются приборы типа «НаноСкан-4D», которые позволяют производить такого рода измерения на различных частотах и при контролируемой температуре образца. Примеры такого рода исследований можно найти в Приложениях А и Б.

6.4 Оценка механических потерь, обусловленных пластической деформацией образца

Потери, обусловленные пластической деформацией можно оценить, исходя из уравнений, приведенных в разделе 1.5. Согласно соотношению (1.75) сила F , оставившая пластический отпечаток глубиной h связана с твердостью H соотношением $F = H \cdot A(h)$, где $A(h)$ - функция формы индентора. Для идеальной пирамиды Берковича имеем: $A(h) = 24.5 h^2$. Работа такой силы при нагружении до глубины h :

$$W_{diss} = \int_0^h F(h') dh' = 8.17 H h^3. \quad (6.34)$$

Площадь под кривой нагрузки дает сильно завышенную оценку работы по пластической деформации образца, поскольку на участке разгрузки часть энергии, потраченной на упругую деформацию, возвращается индентору. Приведенная оценка хорошо работает для материалов, у которых твердость много меньше модуля Юнга, в частности для большинства металлов кривая

разгрузки практически вертикальная и вся работа на участке нагружения идет на пластическую деформацию.

Согласно данным раздела 3.6 для гашения колебаний типичного зонда, используемого в приборах «НаноСкан», колеблющегося с амплитудой 100 нм необходима теряемая за период энергия порядка 60 пДж. В соответствии с формулой (6.34) в случае плавленого кварца ($H = 9.5$ ГПа) для полного гашения колебаний потребуется погружение на глубину $h \sim 90$ нм, в случае полиметилметакрилата ($H \sim 0.3$ ГПа) – на глубину $h \sim 290$ нм. Естественно, в случае медленной развертки при амплитуде колебаний в 100 нм за один период колебаний зонд не может углубиться на 300 нм. Более того обычно колеблющейся зонд, прижатый к поверхности образца, не погружается в образец при каждом колебании, поскольку очень быстро достигается устойчивое равновесие и нагрузка, и разгрузка происходят по чисто упругому сценарию, как при повторном нагружении в ту же точку. Приведенная оценка может быть несколько модифицирована для случая, когда глубина погружения острия индентора превосходит амплитуду его колебаний. В этом случае получаем:

$$W_{diss} \approx \int_h^{h+A} F(h') dh' = 24.5 H h^2 A. \quad (6.35)$$

Такая зависимость энергии потерь, растущая с увеличением заглубления зонда, хорошо соответствует реальной практике работы с резонансными зондами, когда потери растут с увеличением силы прижима и амплитуда колебаний падает на кривой подвода.

Еще раз отметим важное для данного рассмотрения обстоятельство. При фиксированном углублении пластическая деформация в соответствии с базовым принципом инструментального индентирования происходит только первый раз и все последующие нагружения являются чисто упругими и не должны вносить потерь в колебательную систему зонда (разделе 4.4).

Таким образом, хотя работа против сил пластической деформации существенна и может приводить к гашению амплитуды, при заданном положении зонда z_0 демпфирование носит кратковременный эффект и возникает только благодаря непрерывному росту глубины погружения. После того как острие индентора углубилось на заданную глубину, следует ожидать, что повторные деформации будут упругими, а значит в рамках рассматриваемой модели, и диссипации энергия из-за пластики не будет. В реальной ситуации, естественно, не бывает нагружения точно в то же самое место из-за разного рода флуктуаций и сейсмических воздействий. Оценить степень идеальности последовательных погружений индентора в образец при его осциллирующем поступательном движении не представляется возможным. Существенным моментом в описываемом механизме потерь является соотношение между

скоростью линейного погружения зонда и скоростью его колебательного движения, обычно скорость колебательного движения во много десятков раз превышает скорость линейного движения, и соответственно рост углубления за один период не превышает долей нм. Вносимые этой нарастающей периодической деформацией потери в колебательную систему зонда могут составлять доли пДж.

Во время сканирования область контакта алмазного острия индентора с поверхностью все время изменяется, а это значит, что каждый следующий удар зонда о поверхность происходит в новой точке. При частоте резонансных колебаний 10 кГц и скорости сканирования 10 мкм/с расстояние между точками последовательного касания оказывается 1 нм, что существенно меньше размера области контакта кончика алмазного индентора с поверхностью (в зависимости от свойств материала и уровня прижима размер области контакта находится в диапазоне (10-100) нм). В таком случае грубой оценкой потерь за период при сканировании может быть величина в 10-100 раз меньшая указанной выше (6.34). То есть вклад пластической деформации вполне существенен и может приводить к реальному падению амплитуды колебаний зонда. При условии создания адекватной аналитической модели такого рода дважды динамических потерь, она может быть использована для картографирования механических свойств во время сканирования.

К сожалению, дать оценку реальных потерь, связанных с пластической деформацией материала, во время сканирования и снятия кривых подвода пока не представляется возможным. Более того, как будет показано в данной работе далее, и было подтверждено специальным экспериментальным исследованием у приборов семейства «НаноСкан» есть режимы сканирования, при которых не происходит разрушения исследуемого материала, а это значит, что нет и потерь, обусловленных пластической деформацией поверхности.

Небольшое исследование возможных разрушений поверхности при сканировании пьезорезонансным зондом было проведено в ходе испытания метрологического атомно-силового микроскопа установленного в ЦКП ГУ МФТИ и разработанного ФГБНУ ТИСНУМ совместно с НИЯУ МИФИ [161,162]. Для того чтобы увидеть характер возможных разрушений кремниевый атомарно гладкий образец был отсканирован в нескольких режимах, при различных рабочих амплитудах колебаний зонда и уровнях прижима острия к поверхности. После этого образец был помещен в растровый электронный микроскоп РЭМ JSM 7001F расположенный в ЦКП ГУ МФТИ и проведено исследование области сканирования. Было установлено, что при работе с амплитудой колебаний 100 нм на поверхности кремния остаются вполне заметные следы глубиной в несколько нм даже при сканировании со сдвигом

резонансной частоты менее 10 Гц. В области сканирования с амплитудой колебаний 10 нм и сдвиге частоты несколько Гц следов сканирования обнаружено не было Рисунок 6.10.

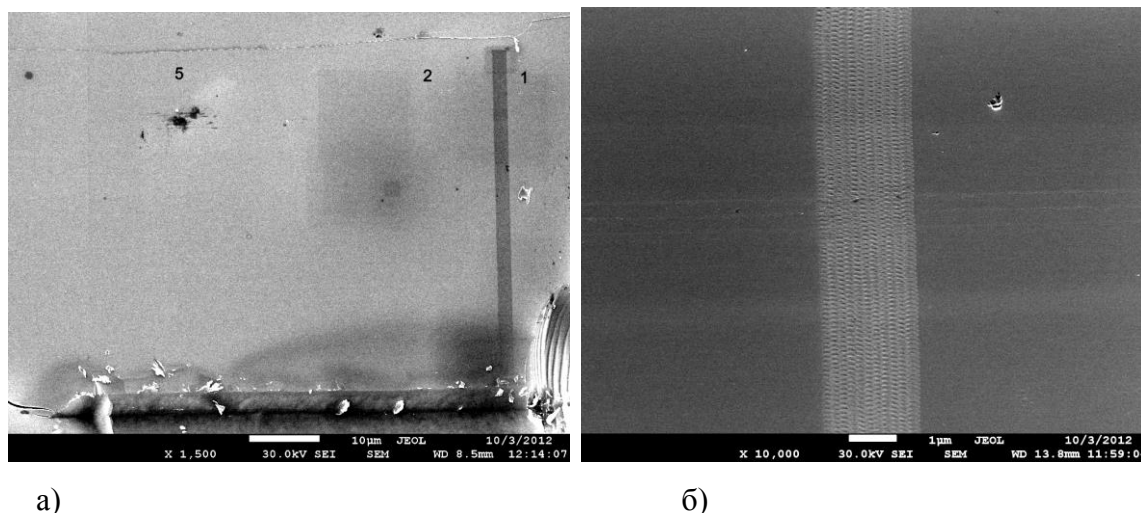


Рисунок 6.10 – Изображение области сканирования, полученное с использованием электронного микроскопа. Вся область, где проводились испытания, вместе с маркерной царапиной (а), увеличенное изображение из области сканирования с амплитудой 100 нм и сдвигом частоты 10 Гц (б).

Полученные с использованием электронного микроскопа данные подтверждают результаты, представленные в 7 главе данной диссертации и касающиеся условий неразрушающего сканирования поверхности резонансным датчиком.

Превратить данные об амплитуде в какую-либо количественную характеристику исследуемого материала или вязкого слоя в ходе сканирования пока не получилось. Важным результатом представленного в данной главе исследования является возможность учета измеряемых во время сканирования и снятия кривых подвода данных об амплитуде при обработке информации, о сдвиге резонансной частоты и средней силе прижима при построении карт приведенной твердости и модуля Юнга.

6.5 Анализ влияния полосно-пропускающего фильтра тракта возбуждения на амплитуду автоколебаний зонда.

Любой пьезокерамический резонатор и в том числе зонд камертонной конструкции имеют несколько резонансов и при включении их в тракт автогенератора возможно возбуждение целого ряда мод колебаний. Одним из путей выбора нужной моды является смена

фазы сигнала в петле положительной обратной связи. Исходная поляризация пьезокерамических пластин, образующих биморфный элемент, и фаза сигнала обратной связи выбираются так, что бы на рабочем резонансе веточки камертона колебались в противофазе (3-я мода колебаний камертона). Такой режим обеспечивает наилучшую акустическую изоляцию зонда от остальных составных частей прибора и повышает его добротность в свободном состоянии. В результате эта мода оказывается наиболее чувствительной в плане контакта с поверхностью, как по каналу амплитуды, так и по каналу сдвига резонансной частоты.

Основным способом, помогающим исключить колебания на ненужных модах, является использование в тракте возбуждения полосно-пропускающего фильтра, обеспечивающего нарастание колебаний только на рабочей частоте. В большинстве модификаций приборов семейства «НаноСкан» используются аналоговые активные полосно-пропускающие фильтры второго порядка с цифровым управлением рабочей частотой и электрической добротностью. При настройке тракта возбуждения программное обеспечение снимает зависимость амплитуды автоколебаний от частоты настройки фильтра и, исходя из снятой зависимости (напоминающей АЧХ тракта), выбирается рабочее значение частоты настройки активного фильтра. Пример такой, как бы АЧХ, представлен на рисунке 6.11.

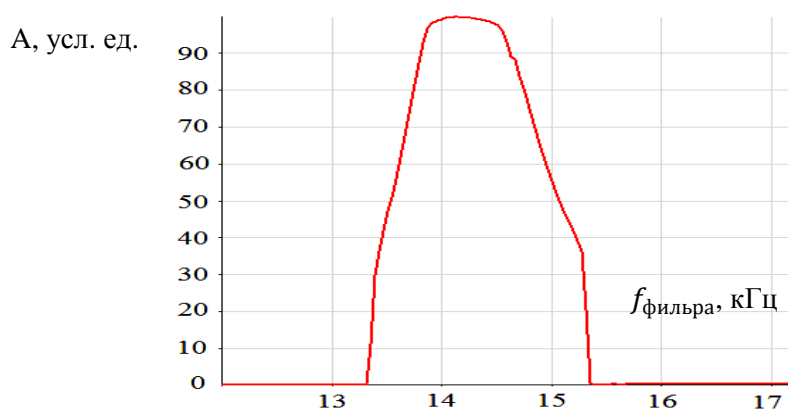


Рисунок 6.11 – Зависимость амплитуды колебаний зонда от частоты настройки фильтра в тракте автогенерации.

Отличие данной кривой от Лоренцовского вида обусловлено не только тем, что данная кривая это не АЧХ камертонного зонда и не АЧХ тракта. Она описывает уровень возбуждаемых колебаний как функцию разности между резонансной частотой зонда и максимумом АЧХ фильтра. При этом частота автоколебаний не соответствует значению, указанному на оси абсцисс, и практически всегда близка к резонансной частоте камертона. Текущее значение этой координаты соответствует максимуму АЧХ полосно-пропускающего фильтра. Плоская вершина снимаемой кривой обусловлена работой амплитудного

ограничителя, входящего в тракт возбуждения автоколебаний, и говорит о высоком запасе по усилению на снятой зависимости.

Наличие высокодобротного фильтра в тракте возбуждения может приводить к некоторым искажениям в зависимостях амплитуды и частоты от углубления, получаемых методом кривых подвода и при наноиндентировании. Типичные кривые нагрузки-разгрузки для трех различных материалов приведены на рисунке 6.12. На полученных зависимостях видно, что для материалов с высокими значениями твердости и модуля упругости на кривых подвода есть довольно большой участок, на котором амплитуда остается практически неизменной. Естественным, что на таких материалах, обладающих достаточно малой величиной потерь в области контакта, влияние АЧХ полосно-пропускающего фильтра может быть существенно. Для менее твердых материалов, например ПММА, в которых потери как функция глубины растут быстрее, а контактная жесткость, влияющая на сдвиг резонансной частоты, медленнее, чем на плавленом кварце, вид кривых подвода будет более точно отражать вязкие и упругие свойства области контакта.

Резкий рост частоты автогенерации, измеряемой частотным детектором, соответствующий резкому падению амплитуды колебаний и гашению автогенерации обусловлен специальными техническими мерами, призванными обеспечить правильную работу системы регулирования положения зонда при сканировании. Срыв колебаний воспринимается системой как сигнал очень сильного контакта с поверхностью, и она отдергивает зонд от поверхности. Такое схмотехническое решение исключает несанкционированное грубое разрушение поверхности образца и нанесение царапин в ходе сканирования формы поверхности.

Влияние полосно-пропускающего фильтра (ППФ) практически не сказывается при обычном сканировании и требует учета только при обработке кривых подвода, имеющих длину более 100 Гц. Типичные значения эффективной добротности ППФ находятся в интервале значений от 4 до 40, и как правило ниже добротности свободно колеблющегося зонда.

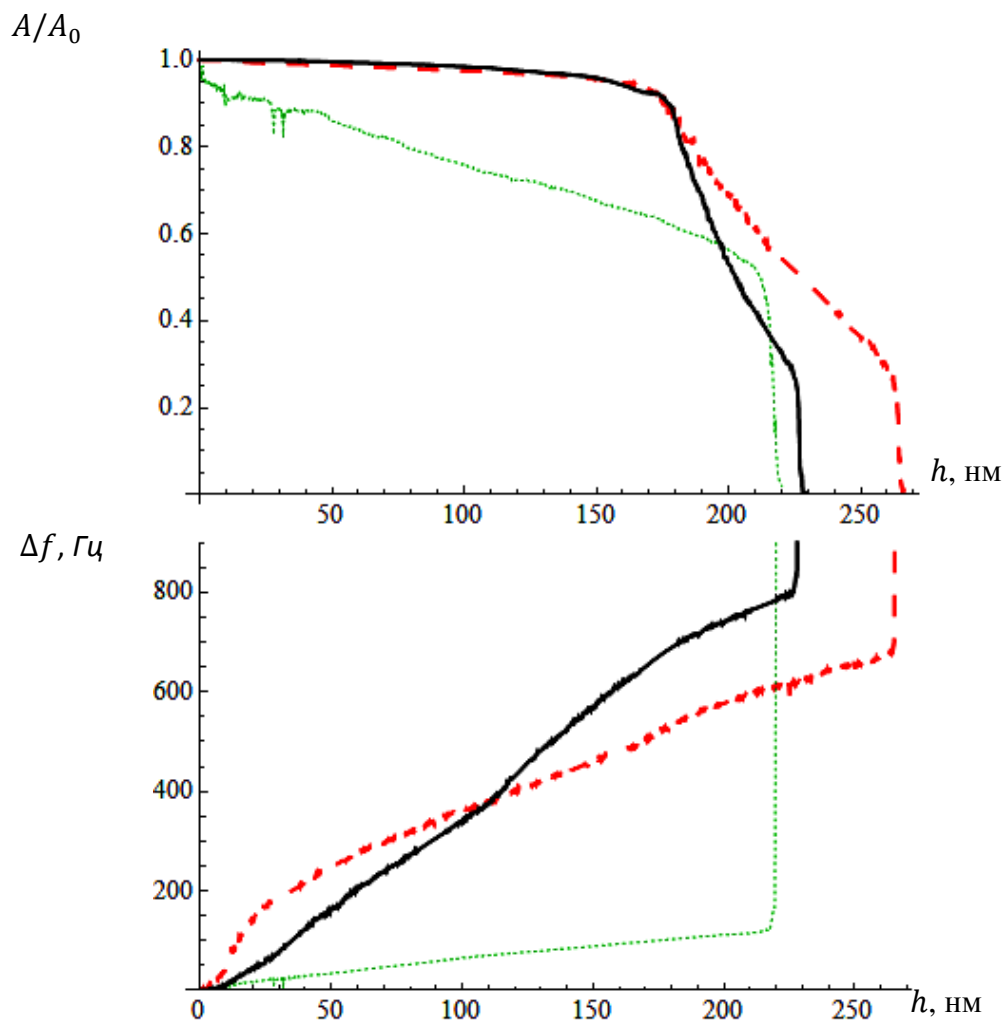


Рисунок 6.12 – Зависимости относительного изменения амплитуды A/A_0 и сдвига резонансной частоты колебаний Δf , полученные при внедрении в образец плавленого кварца (красная штрихованная линия), дюралюминия (черная сплошная линия) и ПММА (зеленая пунктирная линия).

Пример влияния ППФ на зависимость амплитуды колебаний от усилия прижима и глубины погружения острия зонда на начальном участке индентирования с включенным автогенератором представлен на рисунке 6.13, где приведена зависимость нормированной амплитуды колебаний от перемещения пьезопозиционера, выраженного в нм. Кривые получены при трех различных значениях добротности ППФ при индентировании плавленого кварца. На рисунках хорошо видна зависимость: чем выше добротность фильтра, тем короче кривая подвода. Вид полученной зависимости вполне соответствует ожидаемому поведению схемы самовозбуждения.

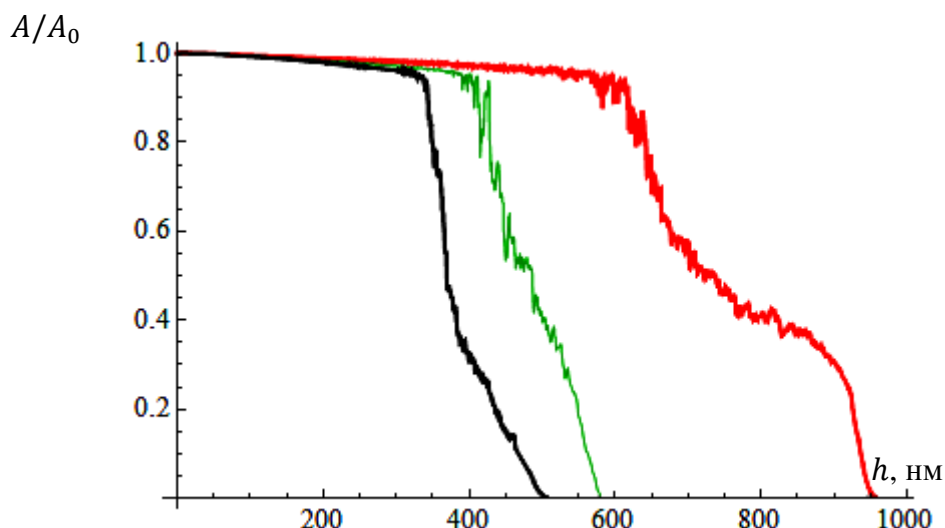


Рисунок 6.13 – Изменение амплитуды как функция перемещения при трех различных добротностях фильтра (условные значения добротностей: 40, 30, 20)

Для оценки влияния ППФ на работу прибора и предложенные физические модели было проведено специальное исследование. Производилось измерение зависимости амплитуды колебаний в тракте автогенератора от частоты настройки ППФ в режиме, когда зонд прижат к поверхности с фиксированной силой. В этом положении с помощью ПО снималась зависимость амплитуды от частоты, как бы сквозная АЧХ всей системы. Результаты измерений при максимальном уровне усиления в тракте автогенератора представлены на рисунке 6.14. Из полученных данных хорошо видно, что при максимальном усилении в тракте на начальных уровнях прижима зависимость максимальной амплитуды от силы прижима минимальна, хотя сдвиг резонансной частоты при достигнутых силах уже достаточно существенен. Изменение добротности тракта из-за контактных потерь на данных уровнях прижима маскируется ограничением сигнала в тракте автогенератора. При больших уровнях прижима эффект уменьшения добротности зонда проявляется в полной мере и последняя снятая кривая (красная) существенно ниже и уже всех остальных сквозных АЧХ.

Для демонстрации влияния уровня прижима острия индентора к поверхности на добротность системы при слабых уровнях прижима была снята серия сквозных АЧХ при минимальном уровне возбуждения в тракте автогенератора (рисунок 6.15). В этом случае ограничение сигнала в тракте минимально и чувствительность к вносимым потерям максимальна. Как хорошо видно из полученных данных, при низком уровне возбуждения автогенератора зависимость амплитуды от силы прижима становится гораздо более сильной и проявляется, когда еще нет видимого сдвига резонансной частоты зонда.

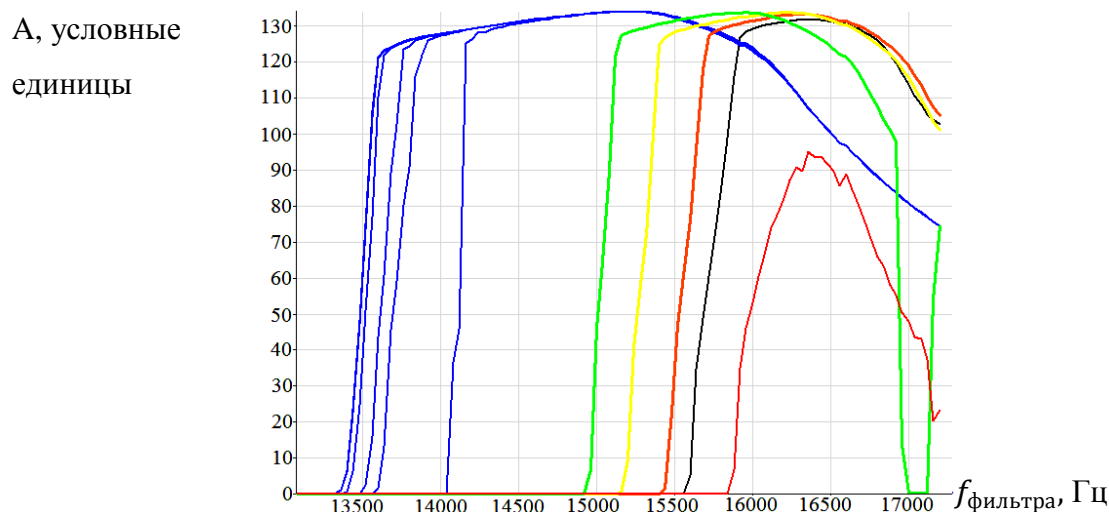


Рисунок 6.14 – Зависимости амплитуды от частоты настройки фильтра в тракте автогенерации в воздухе с различными силами прижима до величины порядка 17 мН при максимально высокой степени возбуждения в тракте.

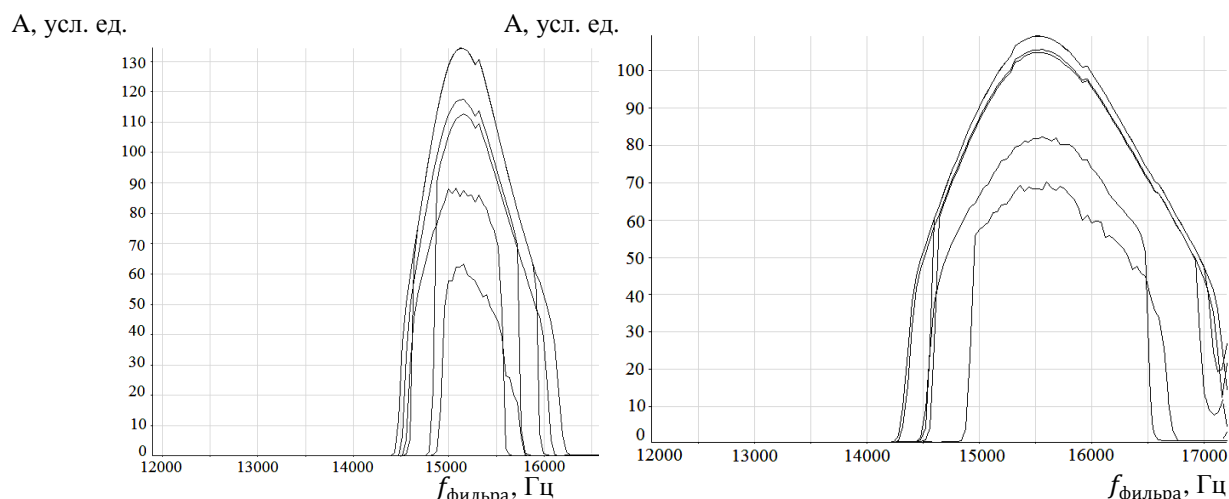


Рисунок 6.15 – Зависимости амплитуды от частоты настройки фильтра в тракте автогенерации, снятые по мере увеличения силы прижима, при слабой степени возбуждения и условных добротностях ППФ а) $Q=30$, б) $Q=20$.

Из полученных данных видно, что пьезорезонансный зонд при низких уровнях ограничения чувствует поверхность по амплитудному каналу при таких уровнях прижима, когда сдвиг резонансной частоты еще не регистрируется частотным детектором и контакт колеблющегося острия с поверхностью еще не приобрел явно выраженный упругий характер. Таким образом, полученные экспериментальные данные подтверждают наличие диссипативных процессов в области контакта острия с поверхностью во всем диапазоне сил взаимодействия от десятков нН до десятков мН.

Из четырех рассмотренных физических механизмов механических потерь в области контакта острия индентора с поверхностью – вязкого трения, капиллярных сил, вязкоупругих свойств образца и пластической деформации материала наиболее значимыми для демпфирования колебаний пьезорезонансного зонда, используемого в приборах «НаноСкан», являются вязкие потери в слое приповерхностной жидкости, вязкоупругие свойства образца и пластическая деформация исследуемого материала. При этом вязкоупругие свойства большинства твердых и эластичных материалов, вносят пренебрежимо малый вклад в изменение добротности колебательной системы зонд + область контакта острия с поверхностью.

Еще одним фактором, влияющим на амплитуду колебаний зонда, является наличие в тракте автогенератора полосно-пропускающего фильтра, уменьшающего петлевое усиление тракта при росте резонансной частоты зонда при его контакте с поверхностью. В ряде ситуаций влияние данного электронного фактора может быть значимым, особенно при сильном возбуждении автогенератора и высоких уровнях прижима острия к поверхности. Для существующих (во многом аналоговых) приборов основным способом уменьшения данного влияния может быть включение минимально возможного значения добротности ППФ в тракте автогенерации. В будущих разработках желательно использование альтернативных схем возбуждения резонансных колебаний на основе цифровых сигнальных процессоров.

Таким образом наиболее значимые физические механизмы диссипации энергии, приводящие к гашению колебаний резонансных зондов, используемых в приборах «НаноСкан», это вязкие потери (при наличии жидкости на поверхности образца) и пластическая деформация в области контакта. Полученные аналитические выражения, позволяют оценить вклад данных механизмов в уменьшение амплитуды колебаний и добротности зонда, а значит исследовать данные явления.

Наблюдаемые экспериментально потери механической энергии в области контакта осциллирующего острия индентора с поверхностью на данный момент не используются в измерительных методиках для определения свойств вязких слоев жидкости и пластических свойств материалов. Разработка таких методик – дело будущих исследований. На данном этапе работ при определении модуля упругости и твердости исследуемого материала изменение амплитуды просто учитывается при обработке экспериментальных данных согласно предложенным моделям. Даная процедура легко осуществима благодаря непрерывному контролю амплитуды колебаний с помощью амплитудного детектора, входящего в состав схемы электронного обеспечения автоколебаний.

Глава 7 Построение карт механических свойств поверхности методом многоканального сканирования

Полученные в предыдущих главах аналитические результаты демонстрируют богатые метрологические возможности пьезорезонансного зонда с автогенераторным способом возбуждения колебаний. Возможность измерения ряда характеристик материала в заданной области методом кривых подвода и путем инструментального индентирования широко используется в атомно-силовой микроскопии и при наноиндентировании. При этом задача получения количественных данных об этих свойствах, в ходе картографирования исследуемой поверхности методом сканирования, привлекала внимание широко круга исследователей и остается актуальной по сей день, поскольку измерение карты механических свойств путем множественного индентирования поверхности достаточно трудоемкая процедура, не позволяющая получать достаточно подробные карты за разумное время. Практическое обоснование возможности картографирования модуля упругости и приведенной твердости в ходе сканирования и экспериментальное подтверждение технической реализуемости такого рода измерений с использованием гибридных резонансных зондов представлено в данной главе диссертационной работы.

7.1 Оценка сдвига резонансной частоты, при которой происходит пластическая деформация поверхности

Для начала произведем оценку сдвига резонансной частоты зонда, при которой начинается пластическая деформация поверхности. В этом случае деформация является малой и для выяснения условий возникновения пластики достаточно рассмотреть только кончик индентора. Асимптотическое поведение формы зонда в этом случае неважно, соответственно будем использовать приближение формы кончика параболоидом вращения. Для этого случая основные уравнения, описывающие упругую деформацию, хорошо изучены и допускают аналитический анализ.

Согласно разделу 1.3 оценить предельную нагрузку, приводящую к пластической деформации, можно с использованием формулы (1.18). Учитывая определения (1.19) - (1.20), из зависимости (1.18) для сдвигового напряжения получаем:

$$-\left(1 + \frac{z^2}{a^2}\right)^{-1} + (1 + \nu) \left(1 - \frac{z}{a} \tan^{-1} \frac{a}{z}\right) - \frac{1}{2} \left(1 + \frac{z^2}{a^2}\right)^{-1} = Y. \quad (7.1)$$

Как видно на рисунке 1.4 б пластическая деформация начинается в точке, расположенной под поверхностью контактирующих тел. Область начала пластической деформации z_{yield} определяется путем нахождения максимума левой части выражения (7.1). Соответствующие значения отношения z_{yield}/a в зависимости от коэффициента Пуассона ν представлены на рисунке 7.1 сплошной линией, пунктирной линией изображена аппроксимирующая зависимость $z/a = -0.382 - 0.331\nu$.

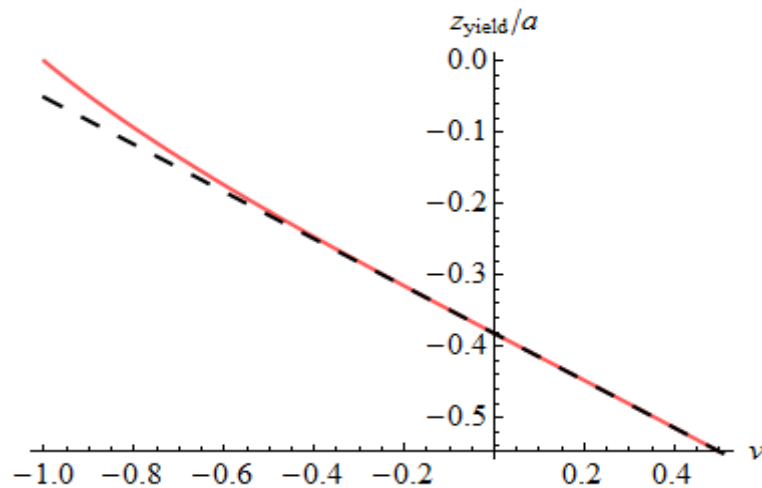


Рисунок 7.1 – Зависимость нормированной координаты начала пластической деформации от коэффициента Пуассона (сплошная линия – экспериментальные данные, пунктирная линия – аппроксимирующая зависимость).

На основании полученного решения можно получить зависимость максимально допустимого давления на поверхность p_0 от коэффициента Пуассона. Соответствующий график для нормированной величины p_0/Y приведен на рисунке 7.2. Численная зависимость хорошо аппроксимируется полиномом:

$$\frac{p_0}{Y} = 0.313 \cdot \nu^2 + 0.936 \cdot \nu + 1.308. \quad (7.2)$$

Отвечающая ему зависимость представлена пунктирной линией.

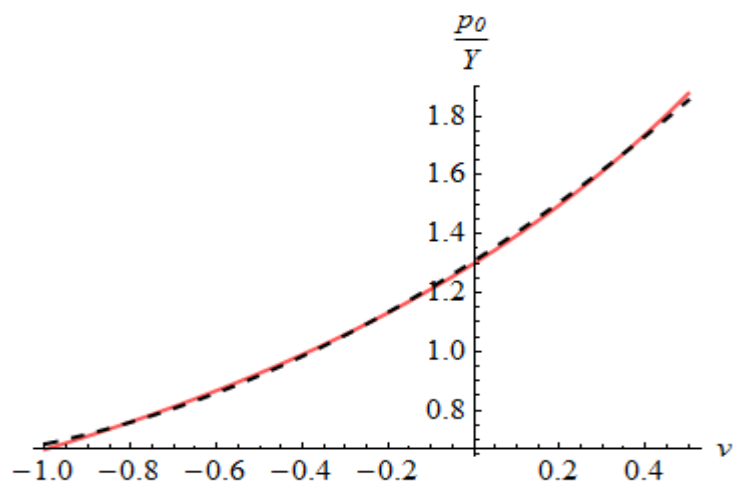


Рисунок 7.2 – Зависимость нормированного максимально допустимого давления p_0/Y от коэффициента Пуассона (сплошная линия – экспериментальные данные, пунктирная линия – аппроксимирующая зависимость).

Исходя из определения p_0 и уравнения (4.1) можно получить значение углубления h при заданном p_0 :

$$h = R \frac{\pi^2}{4} \frac{p_0^2}{E^{*2}}. \quad (7.3)$$

В случае, когда p_0 определяется из условия достижения пластической деформации (7.10), зависимость (7.3) принимает вид:

$$h = R \frac{\pi^2}{4} \frac{Y^2}{E^{*2}} (0.313 \cdot \nu^2 + 0.936 \cdot \nu + 1.308)^2. \quad (7.4)$$

В ситуации, когда зонд совершает гармонические колебания согласно уравнению (3.61), максимальное углубление за период, при котором и следует ожидать наибольшей деформации, составляет $h = z_0 - A$. Но тогда, в предположении, что пластическая деформация происходит на начальном участке осциллирующего движения (при $z_0 \lesssim A$ или, используя введенные в пункте 4.2 обозначения, при $\xi \approx 1$), а также считая $\Delta f \ll f_0$ и, пренебрегая слагаемыми более высокого порядка малости, из уравнения (4.6) получаем:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{h^2}{2\sqrt{2}} \frac{E^* \sqrt{R}}{k_0 A^{3/2}}. \quad (7.5)$$

Исходя из уравнений (7.4) и (7.5) можно написать неравенство, ограничивающее максимальный сдвиг резонансной частоты для работы в чисто упругом режиме:

$$\frac{\Delta f}{f_0} < \frac{\pi^4}{32\sqrt{2}} \frac{R^{5/2}}{k_0 A^{3/2}} \frac{Y^4}{E^{*3}} (0.313 \cdot v^2 + 0.936 \cdot v + 1.308)^4. \quad (7.6)$$

Данное уравнение можно упростить, заменив предел текучести Y на твердость H . Естественно, что это верно только приближенно. При такой замене достаточно часто исходят из того, что $H \approx 3Y$ [163,164]. В таком случае неравенство (7.6) принимает вид:

$$\frac{\Delta f}{f_0} < \frac{\pi^4}{32\sqrt{2}} \frac{R^{\frac{5}{2}}}{k_0 A^{\frac{3}{2}}} \frac{H^4}{E^{*3}} \left(\frac{0.313 \cdot v^2 + 0.936 \cdot v + 1.308}{3} \right)^3. \quad (7.7)$$

Для оценки сдвига резонансной частоты, приводящей к пластической деформации, можно использовать несколько другой подход, который был опубликован в работе [113]. В рамках такого рассмотрения предполагается, что пластическая деформация существенна тогда, когда она уже достигла поверхности материала и возникает непосредственно в точке контакта с индентором. В таком случае максимальное давление на поверхности материала p_0 превышает его твердость H . Таким образом, полагая, что в пограничном случае $p_0 = H$, а также используя (7.3) и (7.5) получаем оценку:

$$\frac{\Delta f}{f_0} < \frac{\pi^4}{32\sqrt{2}} \frac{R^{\frac{5}{2}}}{k_0 A^{\frac{3}{2}}} \frac{H^4}{E^{*3}}. \quad (7.8)$$

Как видно из сравнения (7.7) и (7.8), зависимость (7.7) задает более жесткое требование к допустимому сдвигу резонансной частоты. Так для материалов с $v = 0.3$ ограничение (7.7) в 6.4 раза меньше чем ограничение (7.8).

Несмотря на то, что два этих подхода основаны на различных ограничениях: зарождение пластической деформации или ее выход на поверхность, они оба демонстрируют принципиальный факт: для неразрушающего сканирования поверхности кроме минимально возможного сдвига резонансной частоты следует также устанавливать минимальную амплитуду колебаний зонда. Кроме того, как следует из соотношений ((7.7) и (7.8)) для определенного материала и зонда с заданными характеристиками, параметры, которые можно менять, не ухудшая мягкость сканирования, связаны соотношением: $A^{3/2} \Delta f < const$. Значит, при прочих равных условиях, с точки зрения неразрушающего сканирования уменьшение амплитуды колебаний является более выгодным, чем уменьшение сдвига резонансной частоты, поддерживаемого при сканировании.

Из полученных формул и типичных значений параметров индентора и зонда можно произвести оценку допустимого сдвига резонансной частоты. Учитывая, что материалом индентора является алмаз, получаем для плавленого кварца $E^* = 70$ ГПа. Используя следующие

исходные значения: твердость плавленого кварца: $H = 9.5$ ГПа, жесткость веточек зонда (раздел 4.3) $k_0 = 3.5 \cdot 10^5$ Н/м, $A = 10$ нм. Для достаточно новых инденторов, имеющих радиус кончика $R \approx 100$ нм, согласно формуле (7.8) получаем:

$$\frac{\Delta f}{f_0} < 0.5 \cdot 10^{-3}. \quad (7.9)$$

Таким образом, при резонансной частоте $f_0 \approx 11$ кГц наноразрушения такого материала как плавленый кварц происходит при сдвиге резонансной частоты порядка 10 Гц. Оценка по формуле (7.7) для коэффициента Пуассона $\nu = 0.3$ приводит к неравенству $\frac{\Delta f}{f_0} < 0.8 \cdot 10^{-4}$ и допустимому сдвигу частоты – порядка 1 Гц

Для приработавшегося индентора, описанного в разделе 4.2, используя формулу (7.8) для $R \approx 800$ нм, $k_0 = 3.5 \cdot 10^5$ Н/м, то есть для тупого индентора получается неравенство $\frac{\Delta f}{f_0} < 3 \cdot 10^{-1}$. То есть микроразрушения будут наблюдаться при сдвиге резонансной частоты примерно 300 Гц. При этом, как следует из рисунка. 4.12, совпадение расчетной и экспериментальной зависимости наблюдается во всем диапазоне регистрируемого сдвига частоты.

Для образца ПММА ($H \sim 0.3$ ГПа) в случае тупого зонда с $R \approx 800$ нм оценка (7.8) дает максимально допустимый сдвиг частоты в 30 Гц, а оценка (7.7) – менее 5 Гц. Экспериментальные значения расходятся с теоретической зависимостью при сдвиге частоты порядка 10 Гц. Для дюралюминия ($H \sim 0.5$ ГПа) сильная оценка приводит к значению 0.02 Гц, а совпадение сдвига частоты с расчетной кривой наблюдается в диапазоне сдвига частоты вплоть до 600 Гц. Одним из факторов объясняющих такое хорошее совпадение хода экспериментальной кривой с расчетной может быть падение амплитуды колебаний острия зонда по мере его заглубления в поверхность тестируемого материала.

Таким образом, при снятии кривых подвода начало пластической деформации по критериям (7.7) и (7.8) ограничивает возможность применимости соотношений, полученных в разделе 4.2, 4.3. Полученные оценки указывают на разрешение по частоте, необходимое для корректной работы прибора, а также на значения амплитуды, необходимой для применимости теоретических модельных зависимостей.

Возвращаясь к вопросу о создании метрологического АСМ на основе прибора «НаноСкан», сопряженного с трехкоординатным гетеродинным интерферометром, можно отметить, что при использовании стандартных пьезокерамических зондов не следует стремиться к использованию алмазных инденторов с предельно малым радиусом кривизны кончика. Более разумным будет немного пожертвовать латеральным разрешением при

сканировании и тем самым улучшить разрешение по вертикальной координате, а также исключить разрушение и прогиб исследуемых структур, за счет использования зондов с большим радиусом кривизны кончика индентора.

Данный результат, являясь важным для сканирования с использованием резонансных зондов, имеет ключевое значение для метрологического сканирующего микроскопа, построенного на базе прибора «НаноСкан», сопряженного с трехкоординатным гетеродинным интерферометром. При обычных измерениях разрушение сканируемой поверхности на уровне единиц нм часто не имеет особого значения, для прибора, осуществляющего калибровку мер высоты и периода, любое видоизменение поверхности имеет принципиальное значение. Прибор, имеющий в своем составе лазерный интерферометр с разрешением по трем измерительным каналам лучше 0,1 нм, при сканировании образцов не должен вызывать разрушения и прогиб поверхности в области взаимодействия острия с тестовой структурой, превышающих 0,1 нм.

Без обеспечения неразрушающего режима сканирования пьезорезонансные зонды не могли бы быть использованы в составе Государственного эталона ГЭТ 113-2014 (ФГУП ВНИИМС) и Государственного первичного эталона твердости по шкалам Мартенса ГЭТ 211-2014 (ФГУП ВНИИФТРИ). Изображение трехкоординатного узла сканирования с тестовой решеткой, закрепленной на пьезорезонансном зонде, и пример свертки структуры TGZ3 с алмазным индентором представлены на рисунке 7.3.

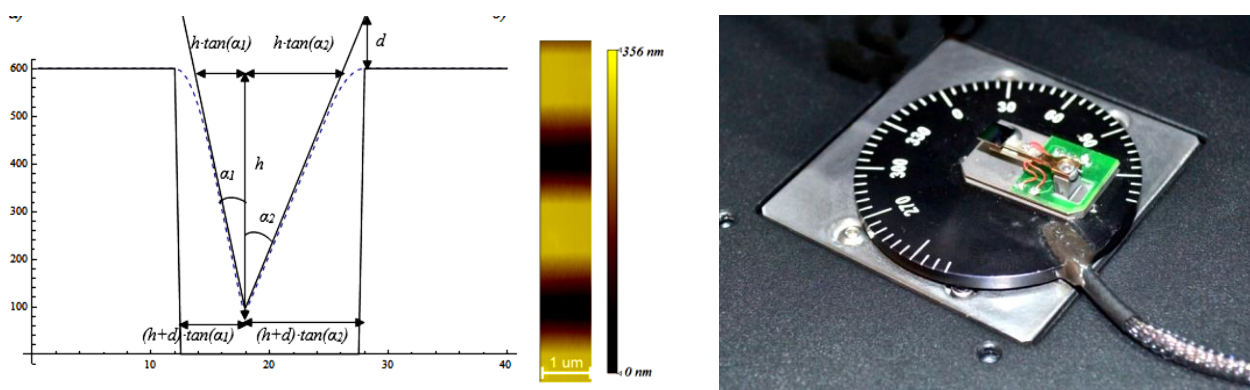


Рисунок 7.3 – Схема измеряемого профиля при сканировании решетки TGZ3 (слева) и зонд с тестовой структурой, расположенный на поворотном диске (справа), ГЭТ 211-2014.

Результаты, полученные с использованием созданных метрологических микроскопов, приведены в публикациях [161,162,165–169]. Для примера ниже представлены два изображения: профиль тестовой структуры TGZ1, полученный в лазерных координатах, и типичный уровень долговременного шума трехкоординатного гетеродинного лазерного интерферометра, входящего в состав «НаноСкан 3Di», рисунок 7.4.

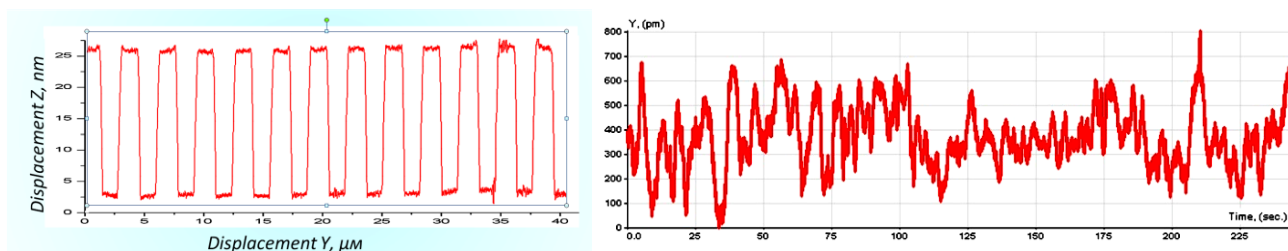


Рисунок 7.4 – Профиль меры TGZ01 (18 нм), измеренный с помощью НаноСкан-3Di (слева), и запись шумового сигнала Z канала интерферометра длительностью 240 с: Rms = 0.12 нм.

Результаты, полученные с использованием метрологических АСМ созданных на базе «НаноСкан», подробно описаны в публикациях [161,162,165–169] и указывают на высокие метрологические возможности гибридного резонансного зонда, используемого в качестве задающего частоту элемента в электронном автогенераторе.

7.2 Картографирование модуля упругости. Экспериментальное подтверждение возможности.

Обсуждаемые в данном разделе результаты достаточно полно представлены в работе [149]. На основе зависимостей, полученных в разделах 4.2 и 4.3 и описывающих сдвиг резонансной частоты и изменение контактной силы при взаимодействии с поверхностью, можно осуществить картографирование модуля упругости Юнга. Пара уравнений (4.6), (4.9) (в случае приближения формы зонда параболоидом вращения) или пара уравнений (4.18), (4.23) (в случае приближения формы зонда усеченным конусом) задают систему уравнений вида:

$$\begin{cases} \omega = \omega(E^*, A, z_0) \\ F_a = F_a(E^*, A, z_0) \end{cases} \quad (7.10)$$

Все основные параметры: резонансная частота свободных колебаний ω_0 , динамическая жесткость k_0 , а также величины, определяющие форму индентора (радиус R в случае поверхности в виде параболоида вращения или угол раствора α_{cone} и параметр c в случае поверхности в виде усеченного конуса), определяются в процессе калибровки. Описание процедуры подбора этих параметров было описано в разделах 4.2 и 4.3. Параметр ω_0 определяется путем снятия АЧХ зонда. В разделах 4.2 и 4.3 этот параметр был определен путем снятия сквозной АЧХ автогенераторного тракта. Эта величина несколько отличается от резонансной частоты зонда, но этими различиями можно пренебречь, так как по уравнениям (4.6), (4.18) при небольших сдвигах частот $\Delta\omega \ll \omega_0$ в соотношения для сдвига частоты будет

входить комбинация ω_0/k_0 , а параметр k_0 калибруется путем проверки экспериментальной и теоретических кривых сдвига резонансной частоты на эталонном материале. Параметры, задающие форму индентора, могут быть определены путем сопоставления экспериментальных и теоретических кривых $F_a(h)$ на эталонном материале.

Ниже использовались зависимости, приведенные в разделе 4.3 для зонда, форма индентора которого приближается усеченным конусом. В рамках дальнейшего рассмотрения система (7.10) определена уравнениями (4.18), (4.23). Как уже было сказано ранее, данный подход целесообразно применять для острых зондов. Несмотря на то, что использование зондов с малым радиусом кончика R , согласно формулам (7.7) и (7.8), налагает более жесткие требования к рабочему сдвигу резонансной частоты, использование острых инденторов целесообразно с точки зрения измерений методом наноиндентирования, и они позволяют получать изображения с более высоким пространственным разрешением при сканировании.

Для картографирования модуля упругости использовался зонд, параметры которого были приведены в разделе 4.3. Для сканирования были взяты структуры, содержащие области с разными механическими свойствами.

Одной из таких структур была тестовая решетка TGZ2 [162,170–172]. Данная структура широко используется для калибровки напозиционеров атомно-силовых микроскопов. Полученное с помощью РЭМ изображение и чертеж структуры данной решетки представлены на рисунке 7.5. Выступы решетки состоят из оксида SiO_2 , основание - из кремния.

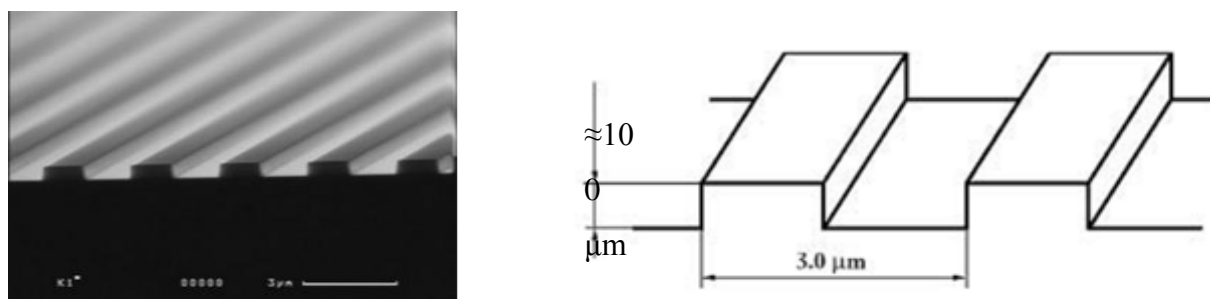


Рисунок 7.5 – Изображение и схема тестовой структуры TGZ 2 [172].

Высота решетки TGZ2 была 102 нм. Амплитуда колебаний во время сканирования составляла $\sim 4 - 8$ нм, средняя контактная сила прижима $\sim 10 - 16$ мкН, рабочий сдвиг резонансной частоты при сканировании ~ 60 Гц. Для измеренных в различных точках (x,y) значений F_a , Δf , A была решена система уравнений (7.10). Полученный массив значений $E(x,y)$, состоящий из 512×512 точек, был усреднен гауссовым фильтром с окном 3×3 точки. Фрагмент полученного массива (193×89 точек) представлен на рисунке 7.6.

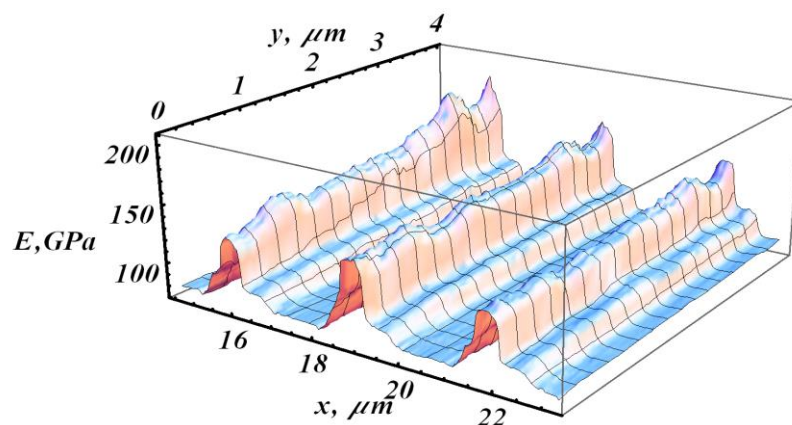


Рисунок 7.6 – Зависимость $E(x, y)$, полученная в ходе сканирования тестовой структуры TGZ 2. Следует обратить внимание на то обстоятельство, что большие значения модуля упругости соответствуют углублениям решетки.

Из полученных данных видно, что слой оксида кремния обладает меньшим модулем упругости чем кварц, что согласуется с литературными данными, согласно которым модуль упругости кварца составляет величины порядка 130 ГПа (направление $\langle 100 \rangle$) – 169 ГПа (направление $\langle 110 \rangle$) [173]. Соответственно измеренное значение модуля упругости упорядоченной пленки SiO_2 оказалось выше модуля упругости плавленого кварца 73 ГПа [174].

Также было проведено сканирование пленки меди, нанесенной на стекло, толщина покрытия ~ 410 нм. Амплитуда колебаний во время сканирования $\sim 3-8$ нм, средняя сила $\sim 6-18$ мкН, сдвиг резонансной частоты – 60 Гц. Полученные значения $E(x, y)$ были отфильтрованы медианным фильтром 5×5 точек. Фрагмент размером 256×91 точки в диапазоне до вычисленных значений 160 ГПа представлен на рисунке 7.7.

Полученное значение модуля упругости меди, как и следовало ожидать, меньше модуля упругости стекла. В переходной области на границе слоя меди и стекла видно резкое возрастание вычисляемого модуля упругости. Наиболее вероятная причина такого поведения – некорректная информация о значении амплитуды колебаний, она в этой области резко падала. Учитывая достаточно большую толщину слоя меди, можно предположить, что касание индентора и поверхности образца происходило в области ребра пирамиды, а не ее кончика и эффективный радиус кривизны в области взаимодействия был существенно больше калибровочного.

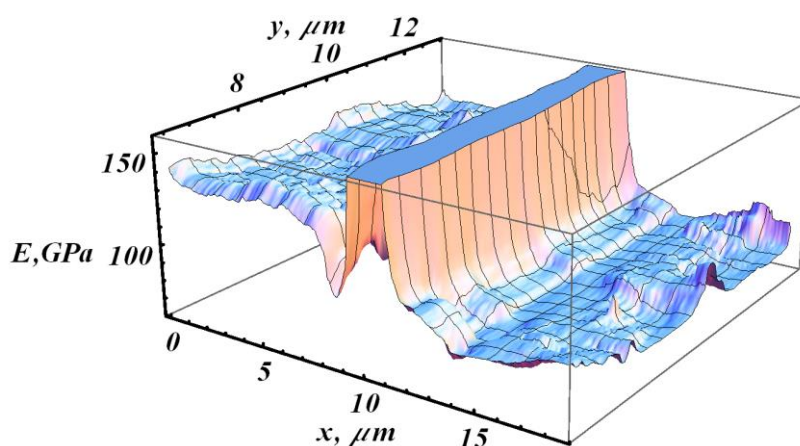


Рисунок 7.7 – Зависимость $E(x, y)$, полученная в ходе сканирования границы пленки меди на стекле.

Также было проведено исследование слоя молибдена, напыленного на стекло (толщина покрытия: ~96 нм). Сканирование осуществлялось на границе напыления. Амплитуда колебаний в процессе сканирования составляла ~ 5 – 8 нм, средняя сила ~ 6 – 17 мкН, сдвиг резонансной частоты при сканировании ~ 60 Гц. Полученный массив $E(x, y)$ был отфильтрован медианным фильтром 5 x 5 точек. Изображение, состоящее из 256x50 точек, приведено на рисунке 7.8.

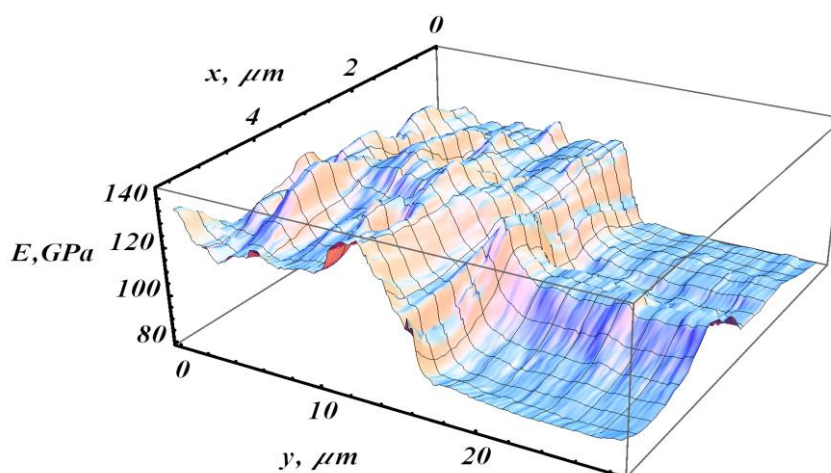


Рисунок 7.8 – Зависимость $E(x, y)$, полученная в ходе сканирования границы структуры молибден на стекле.

Согласно рисунку 7.8 модуль упругости молибдена больше модуля упругости стекла, однако его значение меньше табличного значения, равного 300 ГПа. Причин такого рассогласования может быть достаточно много, начиная от влияния подложки (мало вероятно при данном уровне прижима и радиусе кривизны острия индентора) и заканчивая реальным

отличием свойств напыленного в вакууме покрытия от свойств объемного монолитного материала.

Достаточной большой (до 10%) случайный разброс получаемых значений твердости и локального значения модуля Юнга обусловлен влиянием режима сканирования и рельефа на измеряемые величины. Детальный анализ свойственных данному методу ошибок и способов их уменьшения планируется произвести в ходе дальнейших исследований.

Для верификации модели, связывающий между собой сдвиг резонансной частоты и среднюю силу прижима, представленной в разделе 4.3, было произведено картографирование трех различных гетерогенных структур. Полученные результаты показывают удовлетворительное количественное соответствие измеренных данных табличным значениям модулей упругости отсканированных материалов. Для приборов семейства «НаноСкан», основным фактором, ограничивающим точность и область доступных для исследования материалов, является разрешение канала, измеряющего среднее значение силы прижима. Несмотря на то, что измерения проводились зондом с низкой изгибной жесткостью ножки (408 Н/м), полученное разрешение по силе (RMS в полосе (0.25-500) Гц составило 180 нН (типичное значений этого параметра для зондов с изгибной жесткостью 10 кН/м составляет 5 мкН). Это ограничение приводит к необходимости сканировать со сдвигами резонансной частоты в десятки Гц, что неизбежно приводит к пластической деформации и ухудшению пространственного и глубинного разрешения. Кроме того, определенную негативную роль играет отсутствие достоверных данных об амплитуде колебаний зонда. Оценка ее величины производится исходя из уровня сигнала снимаемого с одной из колеблющихся веточек камертона, причем не той, которая находится в контакте с поверхностью. Такое схемотехническое решение было выбрано в качестве базового для того, чтобы уменьшить влияние шумов, связанных с широкополосным силовым воздействием, обусловленным сканированием на тракт автогенератора, и повысить стабильность автогенерации при высоких уровнях прижима зонда к поверхности образца. При высокой нагруженной добротности камертона влияние такого режима включения не очень значительно. Однако полностью исключить его влияние в существующей конфигурации прибора не представляется возможным. Получается, что область применимости предложенной модели и методики измерения локального значения модуля Юнга существенно ограничивается техническими характеристиками резонансного зонда и электронной части прибора.

7.3 Картографирование отношения твердости к квадрату модуля упругости.

Экспериментальное исследование влияния рельефа поверхности на точность измерений.

Измерение твердости разного рода покрытий и упрочненных слоев является крайне актуальной задачей для современного машиностроения. В силу базовых принципов, лежащих в основе метода инструментального индентирования, осуществление данного вида измерений с использованием резонансного зонда гибридной конструкции производится крайне просто. Оно основано на зависимостях, полученных в разделе 4.4, согласно которым можно произвести картографирование приведенного значения твердости, то есть отношения твердости к квадрату модуля упругости образца. Для этого при сканировании поверхности гибридным резонансным зондом нужно произвести регистрацию не только положения зонда z_0 для получения топографии поверхности, но также фиксировать среднюю силу F_a и сдвиг резонансной частоты Δf в каждой точке скана. После чего вычисление $\frac{H}{E^{*2}}$ в каждой точке сканирования (x, y) осуществляется по формуле (4.32). При этом благодаря одновременному измерению топографии и приведенной твердости полученные данные будут идеально согласованы и два отсканированных изображения будут легко совместимы, что поможет в интерпретации свойств и природы тех неоднородностей, которые будут обнаружены. Для восстановления истинной картины распределения твердости в данном методе нужна информация о локальном значении модуля Юнга и при ее отсутствии физическая картина механических свойств не будет полна. При отсутствии информации о модуле Юнга в ряде случаев она может быть получена по методике, описанной в предыдущем разделе.

Данный подход по сравнению с методом измерения модуля Юнга, предложенным в разделе 0, существенно менее требователен к метрологическим возможностям прибора. Во-первых, в соотношении (4.32) не входит параметров, характеризующих форму кончика индентора. Данное обстоятельство является прямым следствием того, что зависимость (4.24), связывающая наклон разгрузочной кривой с величиной приложенной силы и характеристиками образца H и E^* , не зависит от площади контакта. Если пренебречь возможным изменением коэффициента β_{ind} за счет неосесимметричной формы контакта с шероховатыми поверхностями, то можно утверждать, что данный факт, упомянутый также в работе [31], приводит к возможности применения формулы (4.32) даже при сканировании шероховатых и неровных поверхностей. Важно отметить, что в случае картографирования модуля упругости

поверхность образца должна быть ровной и гладкой, по крайней мере, в области взаимодействия острия индентора с образцом.

Вторым обстоятельством, существенно упрощающим измерения и повышающим качество получаемых результатов, является отсутствие амплитуды колебаний в соотношении (4.32). Единственным требованием является то, чтобы погружение острия зонда в образец при сканировании было много больше значения амплитуды резонансных колебаний. В качестве грубой оценки можно указать удвоенное значение амплитуды, обеспечивающее полностью контактные колебания; хотя естественно желательно, чтобы глубина контакта превышала данную величину хотя бы в несколько раз.

Необходимость глубоко контакта и пластической деформации приводит к тому, что требование к разрешающей способности прибора по силе существенно снижаются, так как в отличие от случая картографирования модуля упругости, сканирование должно производиться при усилиях, вызывающих пластическую деформацию тонкого слоя исследуемого материала.

При сканировании образцов использовался тот же самый зонд с характеристиками, описанными в пункте 4.4. В качестве гетерогенного объекта для исследования была взята структура, представляющая стекловолокно в полимерной матрице. Было произведено предварительное сканирование поверхности при поддерживаемом сдвиге резонансной частоты ~ 1.3 Гц. Полученное изображение приведено на рисунке 7.9. На изображении была выбрана область, в которой произвели картографирование отношения $\frac{H}{E^{*2}}$, она отмечена на рисунке красной рамкой.

Далее было произведено сканирование выделенного участка в режиме измерения приведенной твердости. Амплитуда колебаний составила ~ 10 нм, поддерживаемый сдвиг резонансной частоты был ~ 200 Гц, средняя контактная сила F_a в области волокон составила ~ 200 мкН и ~ 1.2 мН в области матрицы. По полученным данным было рассчитано H/E^{*2} . В данном эксперименте для построения карты твердости в формулу были подставлены значения модулей упругости: 5 ГПа для эпоксидной матрицы, 85 ГПа для стекловолокна. Разделение области сканирования на стекловолокно и эпоксидную матрицу было произведено исходя из контактной силы: при силе больше 350 мкН для расчета твердости использовался модуль упругости матрицы, в других областях модуль упругости волокна. Полученное изображение, содержащее 120x127 точек, было сглажено Гауссовым фильтром с радиусом 4 и дисперсией 2 точки. Полученный результат представлен на рисунке 7.10.

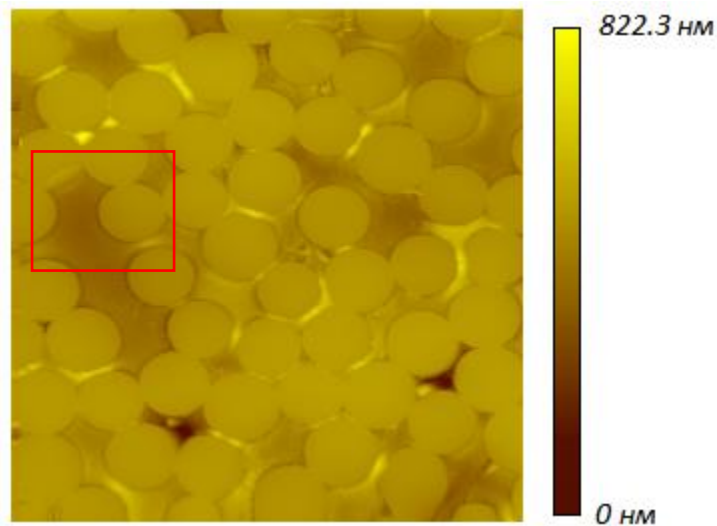


Рисунок 7.9 – Топография поверхности стекловолокна в матрице, красным квадратом отмечена область, в которой производилось картографирование H/E^{*2} , размер окна сканирования: 130 x 148.7 мкм.

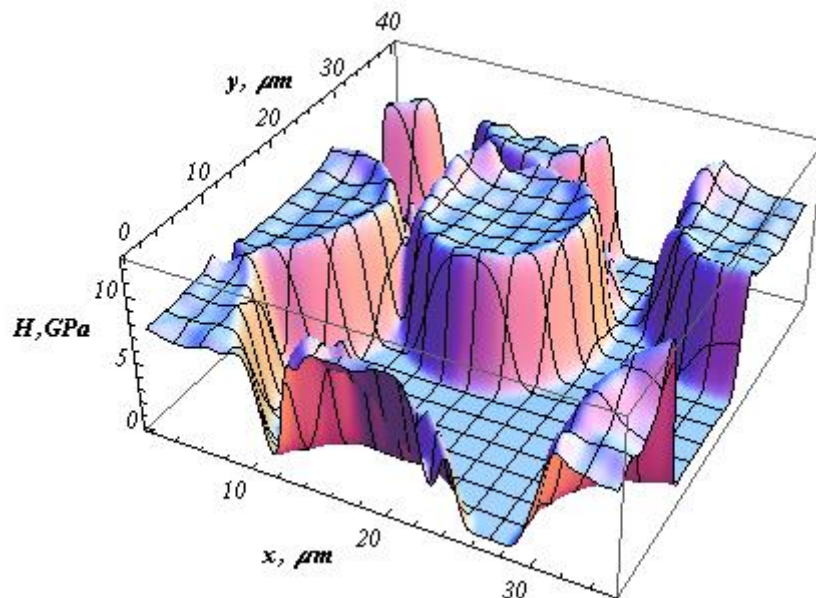


Рисунок 7.10 – Твердость поверхности образца, состоящего из стекловолокна в эпоксидной матрице, полученная по результатам сканирования (для вычисления использованы априорные значения модуля упругости).

В области матрицы значение твердости получилось порядка 0.2 ГПа, значение твердости в области волокон получилось 7-8 ГПа.

За тем было проведено повторное сканирование поверхности в чуть большем окне при сдвиге резонансной частоты ~ 1.3 Гц, результат представлен на рисунках 7.11 а, б. Видно, что наибольшая пластическая деформация произошла в области эпоксидной матрицы, толщина удаленного слоя ~ 50 нм. В области волокон глубина бороздок, которые слегка заметны на рисунке 7.11 б составила ~ 1.5 нм.

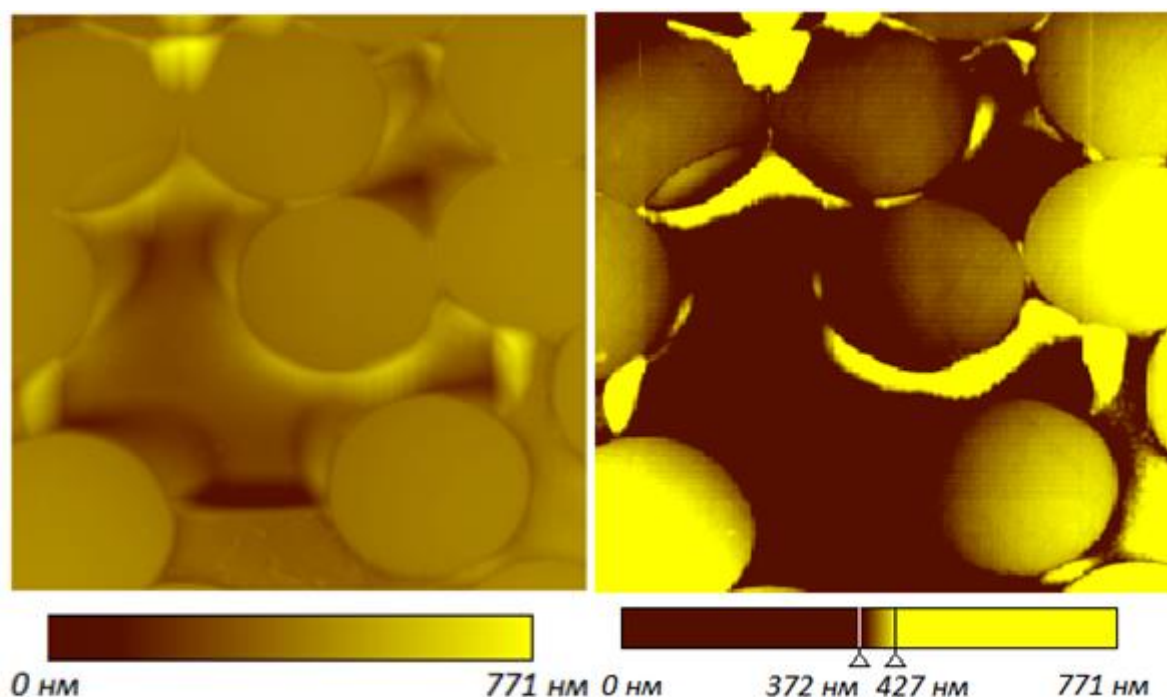


Рисунок 7.11 – Поверхность образца после сканирования со сдвигом частоты 200 Гц, размер окна сканирования: 47.1 x 53.9 мкм (а) – цветовой диапазон соответствует полному диапазону изменения высот от 0 нм до 771 нм (б) – цветовой диапазон соответствует полному диапазону изменения высот от 372 нм до 427 нм.

Для исследования влияния неровностей поверхности на предложенный метод картографирования приведенной твердости были проведены следующие эксперименты: на полированные поверхности плавленого кварца и ПММА были нанесены уколы с нагрузками 90 мН и 18.2 мН. Топография данных отпечатков, полученная при сканировании с малым сдвигом резонансной частоты (поддерживаемый сдвиг Δf : 2.9 Гц для плавленого кварца и 1.2 Гц для ПММА), представлена на рисунке 7.12.

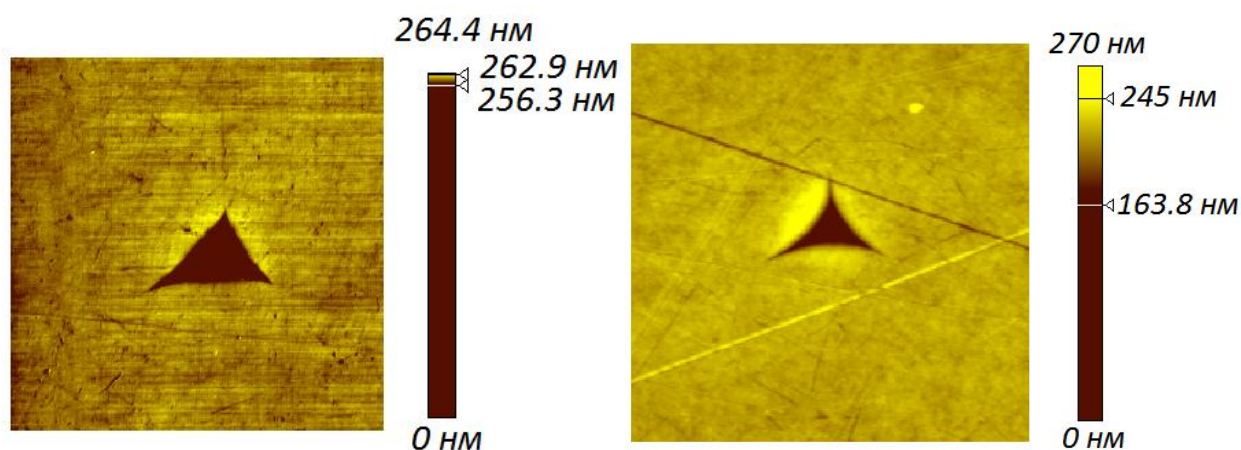


Рисунок 7.12 – Следы индентирования в плавленом кварце (а) и ПММА (б). Размеры поля сканирования: 16.9 мкм x 19.32 мкм (а), 39.32 мкм x 45.08 мкм (б).

Далее было произведено сканирование соответствующих участков поверхности с записью сигналов сдвига резонансной частоты и средней силы F_a . Поддерживаемый регулятором сдвиг резонансной частоты составил 62 Гц и 40 Гц, а типичные значения силы 1 мН и 300 мкН для образцов ПММА и плавленого кварца соответственно, причем в области вершинки индента контактная сила для плавленого кварца падала практически до нуля (до величин порядка 10 мкН). В то же время, для образца ПММА контактная сила существенно не отличалась от 1 мН практически во всей области сканирования.

Резкое падение контактной силы при сканировании отпечатка плавленого кварца с постоянным сдвигом резонансной частоты и слабое изменение контактной силы при сканировании отпечатка в ПММА можно объяснить следующим образом. По сравнению с ПММА плавленый кварц обладает меньшей величиной упругого восстановления, и, соответственно, в области вершины отпечатка у плавленого кварца индентор более плотно прилегает к оставленному им же углублению, что приводит к резкому возрастанию контактной площади, а, следовательно, и к возрастанию упругих и диссипативных сил. Увеличение контактной площади приводит к росту сдвига резонансной частоты и перестает выполняться условие наличия пластической деформации в области контакта. Увеличение диссипации энергии в области такого плотного контакта приводит к резкому падению амплитуды в вершине индента, что в свою очередь вызывает искажение получаемых данных о кажущейся твердости. Из уравнений (4.6), (4.10) видно, что при заданном положении зонда z_0 с уменьшением амплитуды колебаний происходит увеличение сдвига резонансной частоты $\Delta f = \frac{\omega - \omega_0}{2\pi}$ и уменьшение средней за период колебаний силы прижима F_a .

Для такого объяснения локальной аномалии измеренной твердости в области индента надо обосновать применимости соотношений (4.6) и (4.10) для случая упругопластической деформации. Подтвердить возможность применения данных соотношений можно используя понятие «эффективной формы индентора», описанной в разделе 1.5, а также с помощью гипотезы о том, что повторные нагружения индентора являются упругими (см. раздел 4.4). Учитывая то, что скорость сканирования составляла 10 мкм/с, а резонансная частота – около 10 кГц, можно считать, что за период зонд перемещался менее чем на 1 нм. С другой стороны, согласно данным раздела 4.3, даже для острых инденторов в случае самого твердого из обсуждаемой пары материалов – плавленого кварца, сдвигу частоты в 60 Гц соответствуют углубления порядка 20 нм. Учитывая то, что угол между стороной и высотой пирамиды $\sim 65^\circ$ ($\tan(65^\circ) \sim 2$), изменение заглубления на расстоянии 1 нм от кончика составит 0.5 нм. То есть индентор совершает колебания в уже проделанном отверстии, а значит его колебания практически упругие. Согласно рисунку 1.12 поведение индентора описывается упругими уравнениями, описывающими взаимодействия плоского образца с параболическим телом достаточно большого радиуса R , и значит, применимы уравнения (4.6) и (4.10).

Получается, что в случае поддержания постоянного сдвига резонансной частоты при сканировании области отпечатка падение силы будет больше для материалов с меньшим коэффициентом упругого восстановления. Но при падении силы F_a , падает и контактное напряжение под индентором. Недостаточное напряжение под индентором приводит к тому, что пластическая деформация не возникает по всей площади контакта образца с индентором и это приводит к падению твердости, измеренной при помощи соотношения (4.32) (см. объяснение в пункте 4.4 падения твердости на начальном участке кривых, рисунок 4.20). Данный эффект виден и на экспериментальных данных, приведенных на рисунке 7.11. На ПММА пластическая деформация достигается гораздо легче и эффект падения твердости в области отпечатка незначителен (рисунок 7.14).

Экспериментальное исследование образцов плавленого кварца и ПММА с нанесенными глубокими индентами привело к корректным значениям твердости в недеформированной области и заниженным значениям в области отпечатка для кварца, что объясняется недостаточным прижимом зонда к поверхности во время сканирования углублений. Стабильное значение твердости, измеренной на ПММА, указывает на слабую зависимость получаемой величины от рельефа поверхности, при условии, что углы шероховатости меньше угла заточки индентора. Впервые обсуждение данного эффекта, который другими словами можно описать как слабая зависимость отношения нагрузки к корню из контактной жесткости, было дано в работе в [175].

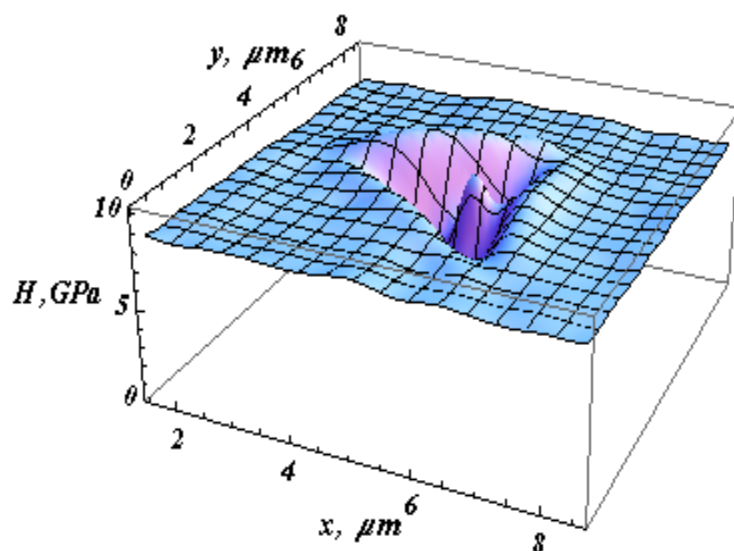


Рисунок 7.13 – Твердость, рассчитанная по результатам сканирования поверхности плавленого кварца, содержащей отпечаток. Для построения использовалось $E^*=70$ ГПа.

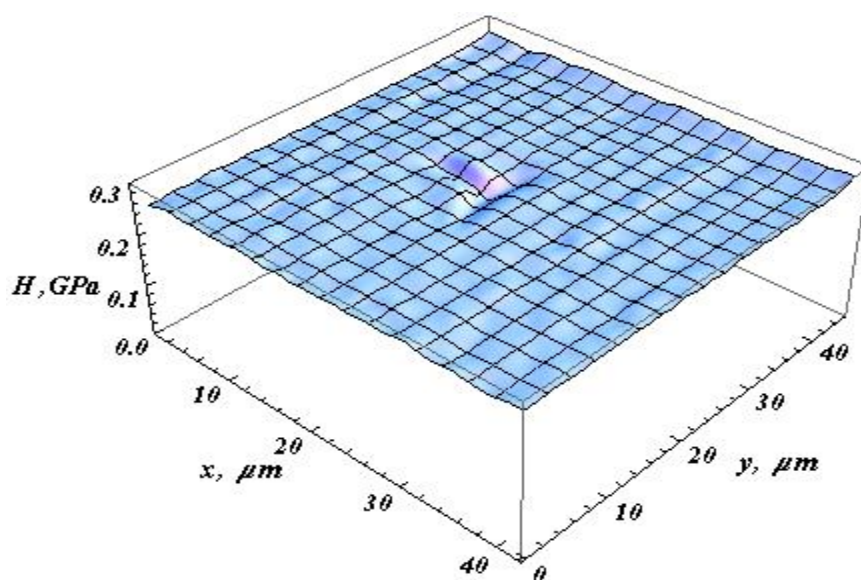


Рисунок 7.14 – Твердость, рассчитанная по результатам сканирования поверхности ПММА, содержащей отпечаток. Для построения использовалось $E^*=4.5$ ГПа.

Для получения более полного представления о предложенной методике измерения приведенной твердости было проведено исследование тестовой структуры TGZ2, упоминавшейся в разделе 0. Как было указано ранее, данная структура представляет из себя решетку, верхняя часть которой образована оксидом кремния, а нижняя – кремнием. В каждой из этих областей было произведено нагружение колеблющегося индентора в поверхность, оставшиеся в результате отпечатки приведена на рисунке 7.15.

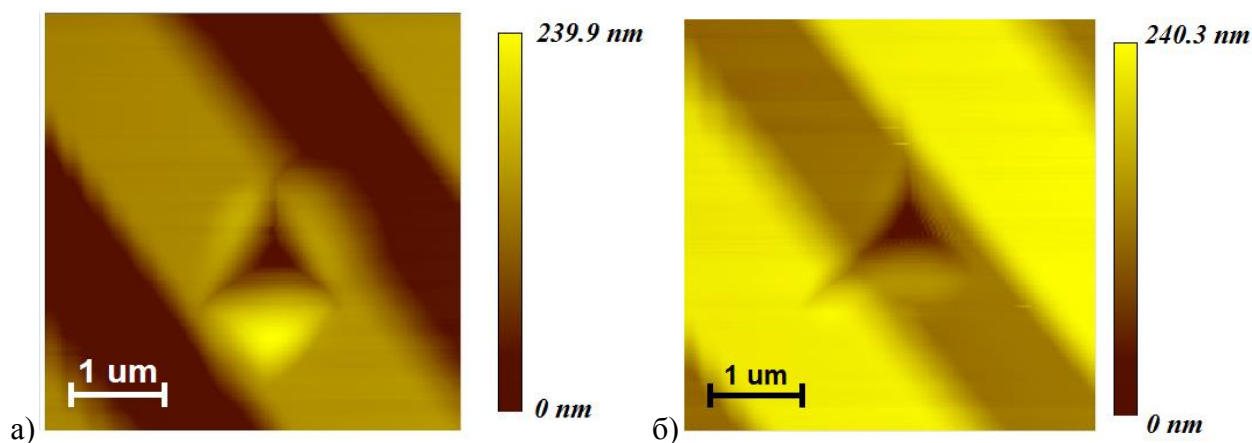


Рисунок 7.15 – Отпечатки, оставшиеся в результате динамического нагружения индентора в слой оксида кремния (а) и кремния (б).

Полученные в ходе индентирования сигналы сдвига частоты Δf и приложенной силы F_a были обработаны с использованием соотношения (4.32). Для оксида кремния использовалось значение $E^* = 70$ ГПа, для кремния - $E^* = 150$ ГПа. Вычисленные значения твердости H и сдвига резонансной частоты Δf в зависимости от глубины h изображены на рисунке 7.16.

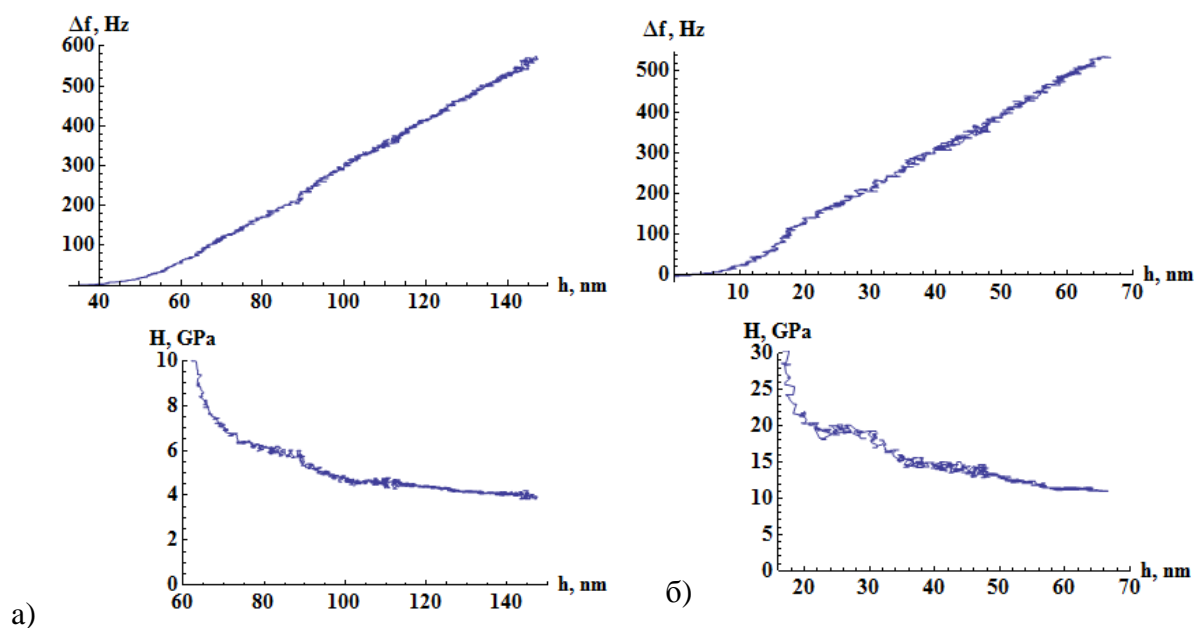


Рисунок 7.16 – Сдвиг резонансной частоты и вычисленное значение твердости, полученные для оксида кремния (а) и кремния (б) методом кривых подвода.

Как видно из полученных кривых, эффекты, обусловленные влиянием амплитуды, сильно выражены при глубинах меньше ~ 70 нм для оксида кремния ($\Delta f \sim 100$ Гц) и при глубинах меньше ~ 20 нм ($\Delta f \sim 150$ Гц) для кремния. Далее зависимость твердости от глубины уменьшается, однако заметны изменения рассчитанного значения твердости, что может быть связано с тем, что размер отпечатка сравнивается с периодом структуры (рис. 7.15а и 7.15б).

Исходя из необходимого для надежного измерения твердости сдвига резонансной частоты ($\Delta f > 150$ Гц) было проведено сканирование данного образца TGZ 2 с поддержанием постоянного сдвига резонансной частоты 200 Гц и 300 Гц. На рисунках 7.17 а и б приведены следы, оставшиеся после такого рода сканирования. Из рисунка 7.17 б, на котором цветовой шкалой выделена часть диапазона высот, видно, что углубление оставшиеся после сканирования со сдвигом частоты 200 Гц (~10 нм, область вверху рисунка), меньше углубления, оставшегося после сканирования со сдвигом 300 Гц (~15 нм, область внизу рисунка).

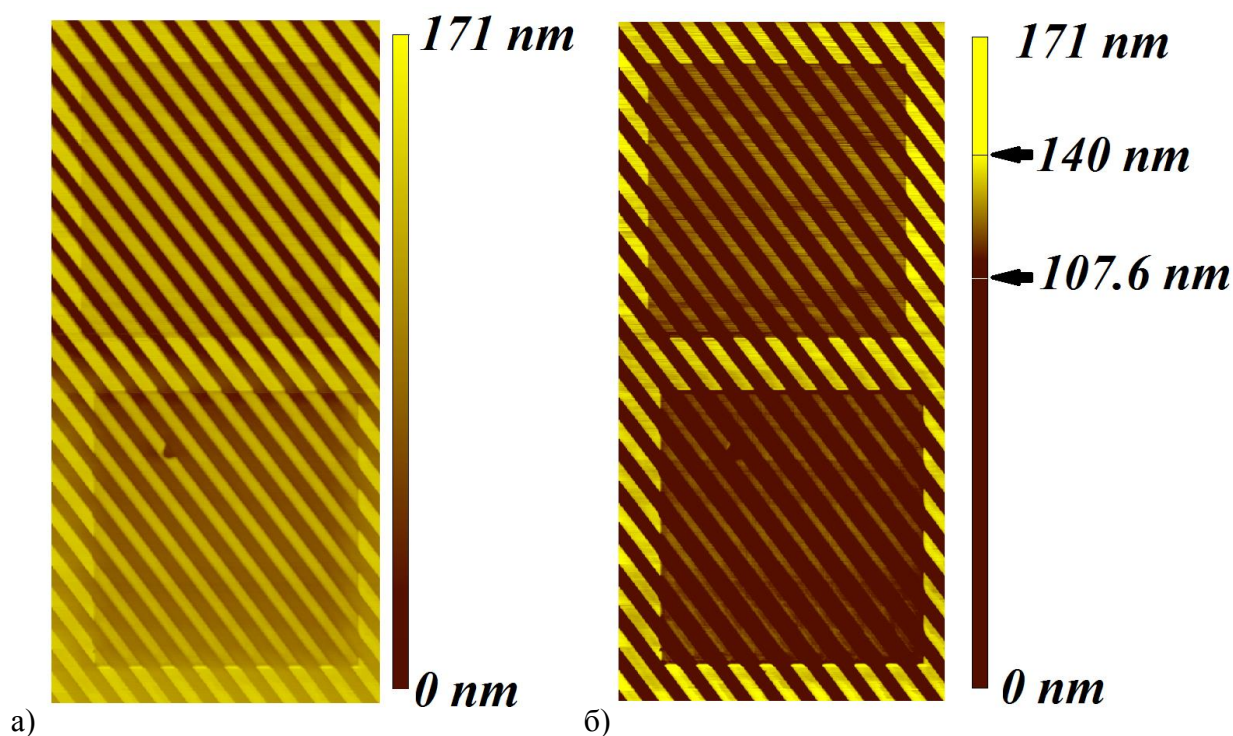


Рисунок 7.17 – Топография структуры TGZ 2, полученная после сканирования с частотой 200 Гц (верхний квадрат) и 300 Гц (нижний квадрат); а) цветом обозначен весь диапазон изменения вертикальной координаты, б) цветом обозначена часть диапазона высот. Размер поля сканирования 39.3 x 78.8 мкм.

Полученные в процессе сканирований данные о сдвиге резонансной частоты Δf и силе F_a были использованы для построения карт твердости H , при этом в качестве модуля упругости использовались следующие значения: $E^*=70$ ГПа для оксида кремния и $E^*=150$ ГПа для кремния. Карта рассчитанного значения твердости, полученная в результате сканирования со сдвигом резонансной частоты 200 Гц, представлена на рисунке 7.18. Сканирование проводилось в направлении с лева на право.

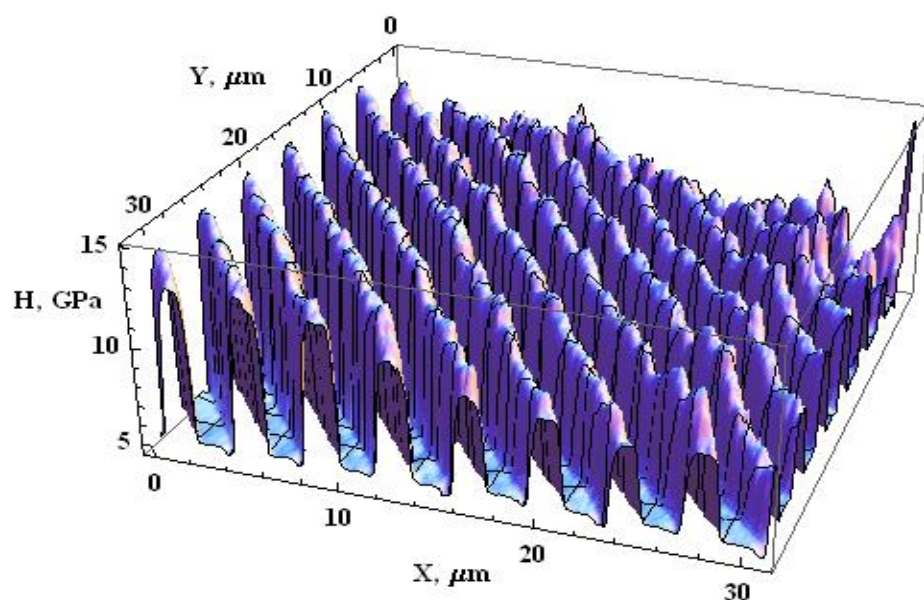


Рисунок 7.18 – Зависимость твердости от X и Y, полученная при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 200 Гц.

Соответствующий рельеф, то есть сигнал вертикального положения зонда, представлен на рисунке 7.19.

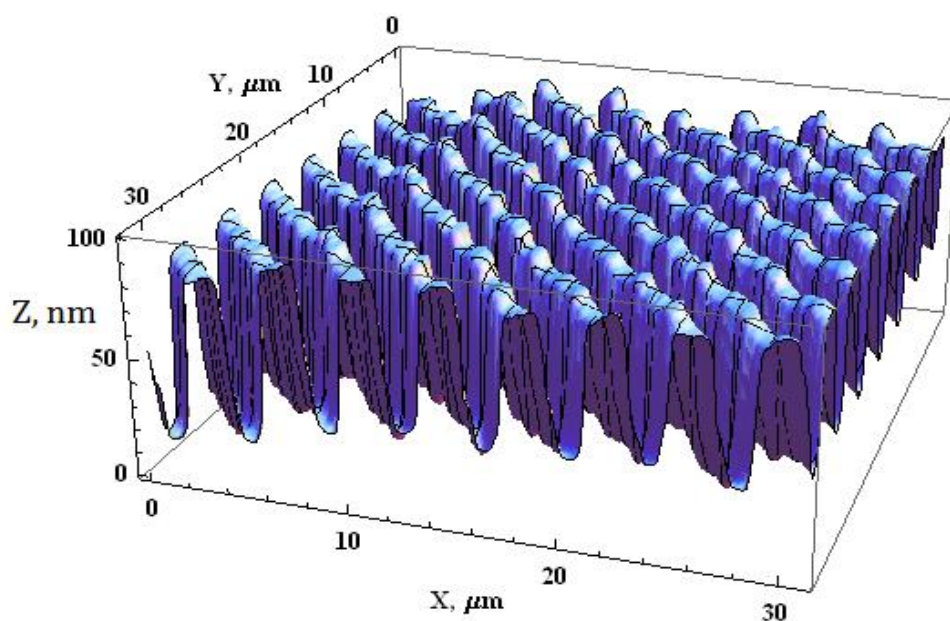


Рисунок 7.19. – Изменение вертикального положения зонда при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 200 Гц.

Как видно из представленного скана, после нескольких первых строк сканирования ($X \lesssim 5 \mu\text{m}$) индентор начинает погружаться в решетку на меньшую глубину. Такое «всплытие»

зонда может быть обусловлено тем, что во время сканирования зонд «стачивает» поверхность, и ее остатки попадают в углубления решетки. С этим явлением можно связать и эффект изменения расчетного значения твердости в процессе сканирования (см. рис 7.18 при $X \gtrsim 10 \mu m$). В области $X \lesssim 10 \mu m$ значения твердости являются стабильными, как это видно из рисунка 7.20.

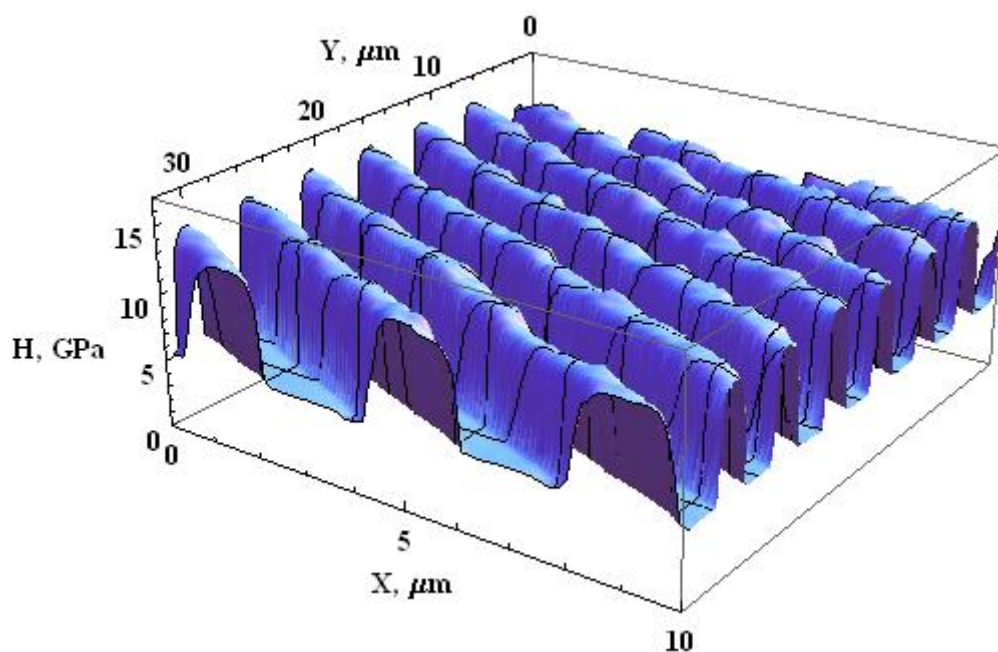


Рисунок 7.20 – Фрагмент зависимости твердости от X и Y, полученной при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 200 Гц.

Сканирование со сдвигом частоты 300 Гц было произведено в области, изображенной внизу рисунков 7.17 а и б (углубление в форме квадрата). Как видно на нестертой области рисунка 7.17 а, внизу глубина решетки становится меньше: данный объект находился в использовании достаточно долго, вследствие чего его поверхность была загрязнена и изношена. Измеренные в данной области значения твердости и соответствующее изменение вертикального положения зонда, то есть рельеф, представлены на рисунках 7.21 и 7.22.

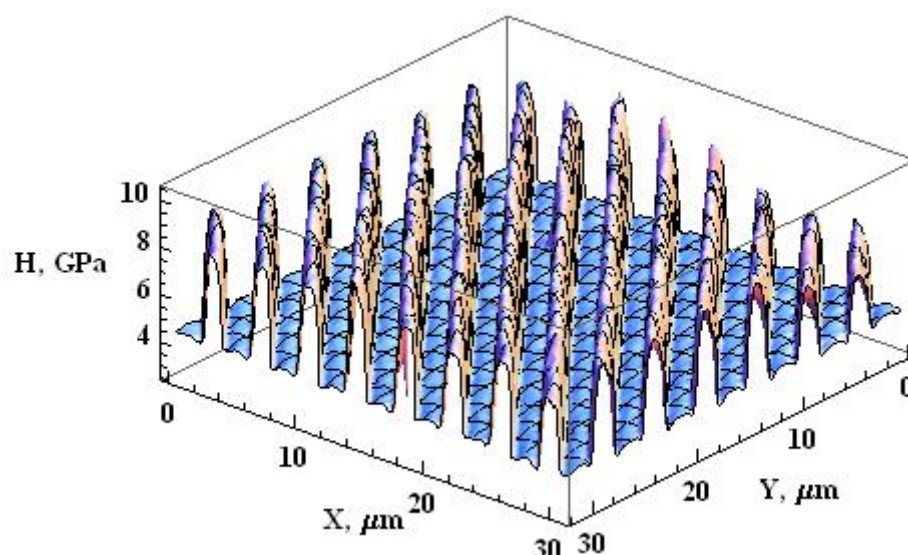


Рисунок 7.21. – Зависимость твердости от X и Y , полученная при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 300 Гц.

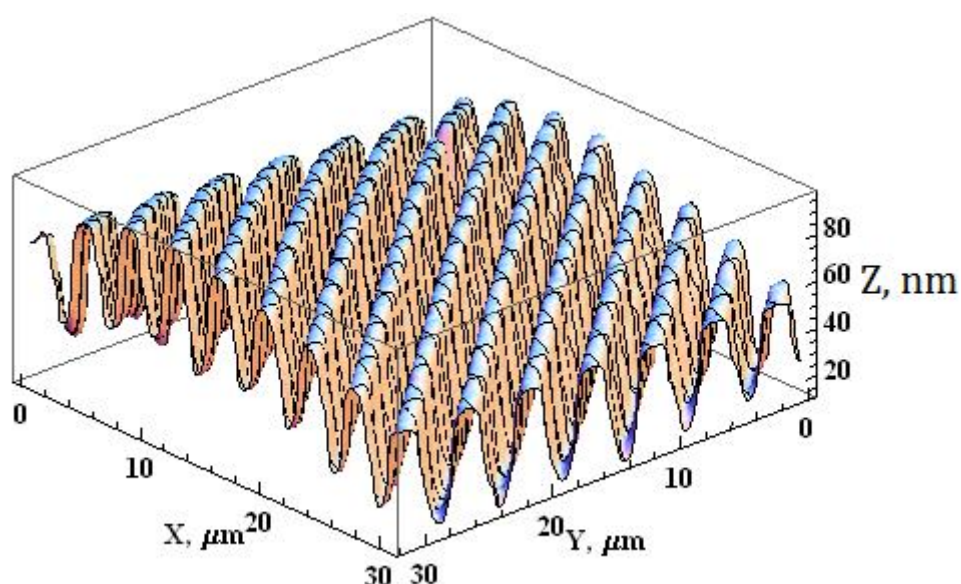


Рисунок 7.22. – Изменение вертикального положения зонда при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 300 Гц.

Данные рассчитанного значения твердости, приведенные на рисунке 7.21, показывают, что значения твердости, измеряемые во время сканирования, соответствуют полученным при проникновении колеблющегося индентора в поверхность в одной точке (рисунок 7.16 а и 7.16 б): с увеличением частоты наблюдается падение измеряемого значения твердости. Также как и для случая сканирования со сдвигом резонансной частоты 200 Гц в области $X \lesssim 10 \mu\text{m}$

значения твердости оксида кремния и кремния являются достаточно стабильными (рисунок 7.23).

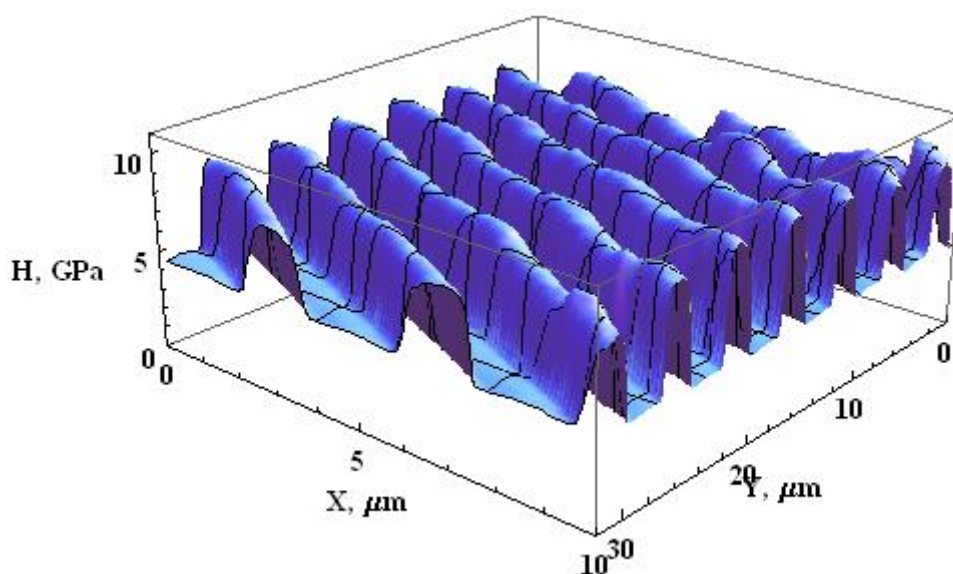


Рисунок 7.23 – Фрагмент зависимости твердости от X и Y, полученный при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 300 Гц.

При работе с тестовыми структурами, изготовленными из материалов с известными свойствами, были получены результаты, хорошо совпадающие с табличными значениями твердости и модуля упругости кремния и его оксида. При этом обнаружена зависимость значения приведенной твердости, вычисляемой по снимаемым данным, от глубины погружения, уровня статического прижима острия индентора к поверхности, то есть рабочего сдвига резонансной частоты зонда. Данная зависимость приводит к искажению данных об истинном значении твердости исследуемого материала и требует корректировки измеренных значений исходя из данных, получаемых на единичной кривой подвода, снятой в однородных областях.

Успешное изучение тестовых структур повышает уровень доверия к данным, получаемым на структурах с неизвестными свойствами, и указывает на пути верификации измерительной информации. Ключом к количественной интерпретации получаемых карт приведенной твердости могут быть точечные измерения методом кривых подвода отдельных участков исследуемого гетерогенного материала. Благодаря возможности точного позиционирования острия индентора в пределах области сканирования данная операция не представляет трудностей для приборов, являющихся полноценными сканирующими нанотвердомерами, например, приборов семейства «НаноСкан».

С использованием описываемого метода измерения было проведено исследование экспериментального СВЧ резонатора, изготовленного на основе многослойной структуры, содержащей алмазную подложку, пьезокерамический материал нитрид алюминия и два электрода: молибденовый и алюминиевый. Схема этой структуры приведена на рисунке 7.24.

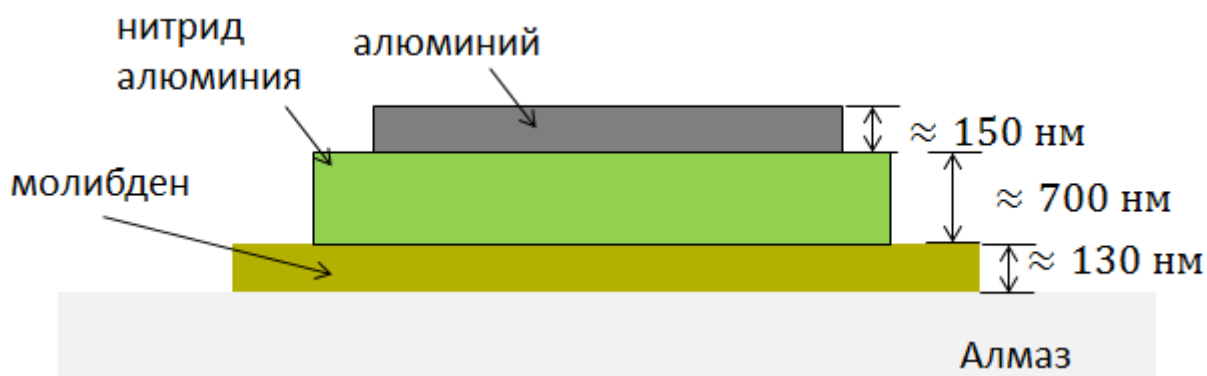


Рисунок 7.24 – Структура резонатора.

На рисунке 7.25 приведены изображения этой структуры, полученные с помощью оптического микроскопа. Царапины, заметные на структуре, рисунок 7.25 а, были оставлены в ходе профилирования с неправильно работающим регулятором высоты зонда.

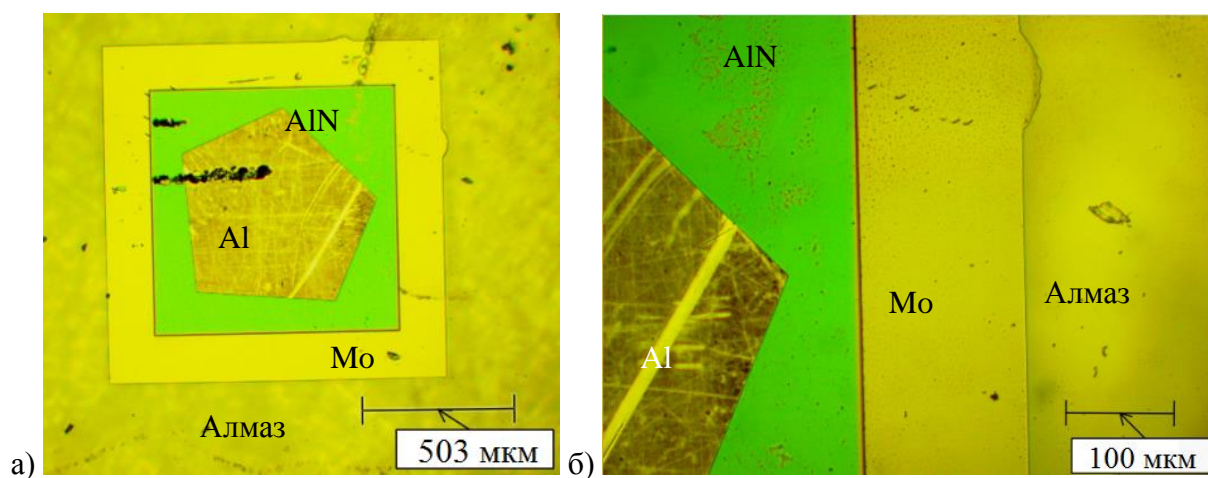


Рисунок 7.25 – Оптическое изображение резонатора.

Пример отсканированного с помощью прибора «НаноСкан-3D» изображения, содержащего границу Mo-AlN и AlN-Mo, представлен на рисунке 7.26. Из картинки была вычтена поверхность второго порядка.

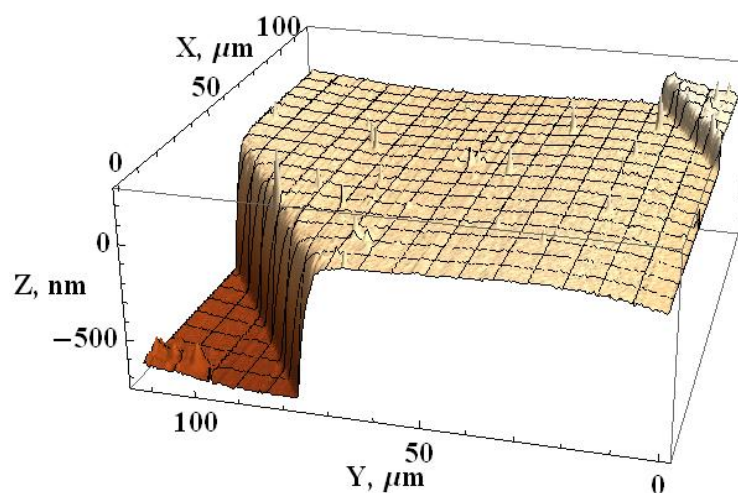


Рисунок 7.26 – Трехмерное изображение фрагмента резонатора, содержащего границу Mo-AlN (слева) и AlN-Mo(справа).

Исследование твердости и модуля упругости методом инструментального индентирования было проведено на приборе «НаноСкан 4Д». Места нанесения индентов на поверхность резонатора представлены на рисунке 7.27.

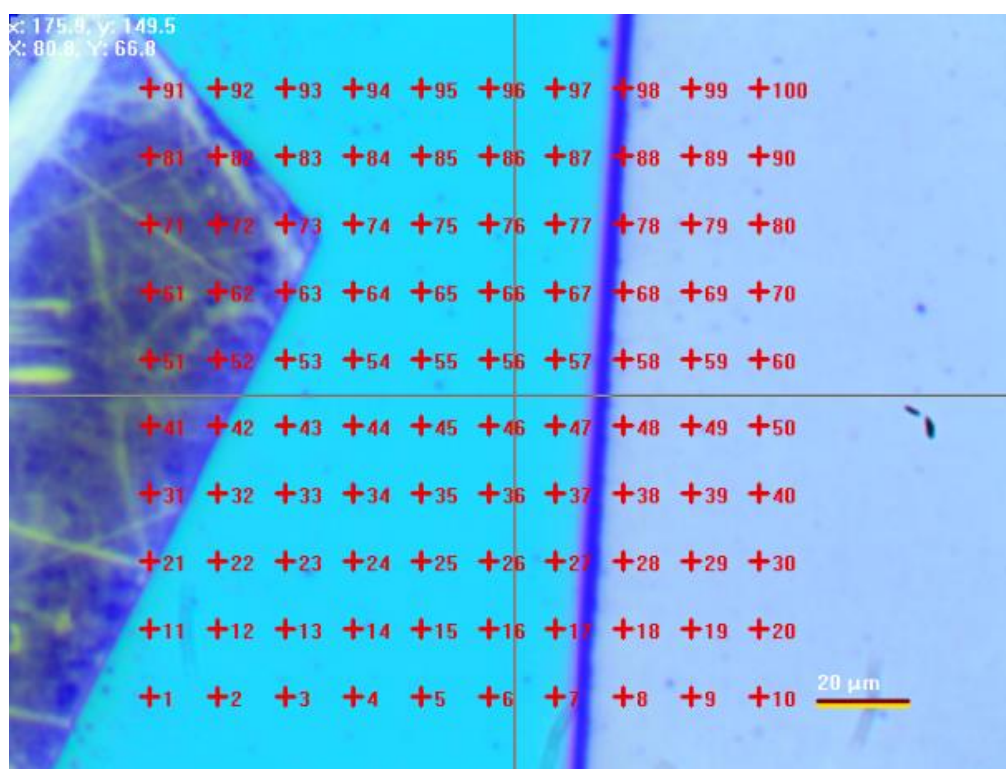


Рисунок 7.27 – Оптическое изображение и место расположения индентов, нанесенных на поверхность резонатора.

Максимальная сила в процессе нагружения составила 3 мН. Полученные в результате карты распределения твердости и модуля упругости представлены на рисунке 7.28.

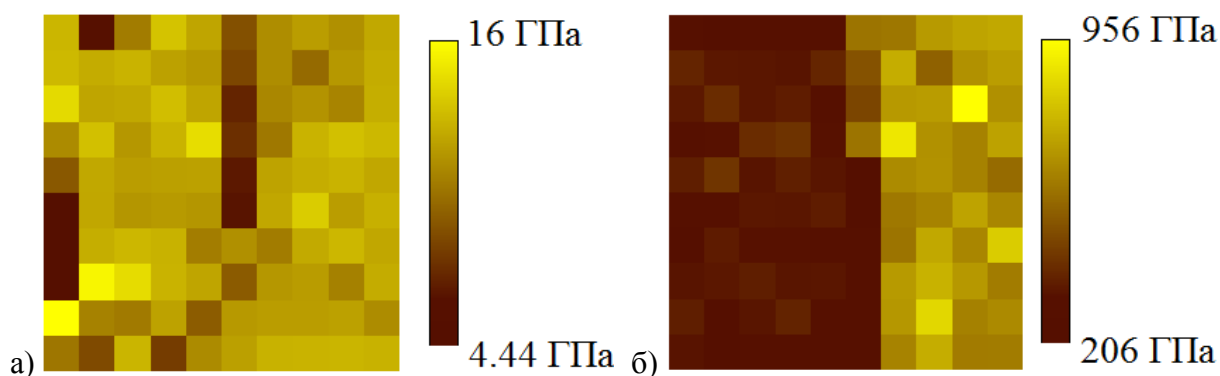


Рисунок 7.28 – Карты твердости (а) и модуля упругости (б), полученные в результате индентирования. Размер области: 153.3 мкм x150 мкм.

Среднее значение эффективного модуля упругости $\frac{E}{1-\nu^2}$ в левой части рисунка 7.28 б (темная область, нитрид алюминия) составило 324 ГПа. Среднее значение модуля упругости в правой части рисунка 7.28 б (светлая область, молибден) составило 677 ГПа. Именно эти значения использовались для определения твердости H при картографировании величины H/E^{*2} . Учитывая формулу (1.3), для оксида алюминия модуль упругости E^* был принят равным 253 ГПа, для молибдена – 426 ГПа. Полученные значения модуля упругости в значительной степени искажены влиянием алмазной подложки: глубина индентирования в области пленки молибдена составляла величину порядка 70 нм, то есть около половины ее толщины. Естественно, что в таком случае влияние подложки весьма существенно: в качестве типичного ограничения допустимой глубины индентирования можно привести правило «10 процентов» [32], которое в данном случае было превышено. В области нитрида алюминия максимальная глубина индентирования составляла величину порядка 40 нм и поэтому вычисленное значение модуля упругости в большой степени соответствует значению модуля упругости пленки.

Картографирование величины H/E^{*2} было проведено при помощи прибора «НаноСкан-3D», топография поверхности и величина H представлены на рисунке 7.29.

Во время сканирования поддерживался постоянный сдвиг резонансной частоты 330 Гц. Если сопоставить это значение с зависимостью сдвига резонансной частоты от углубления при единичных уколах в поверхность слоя нитрида алюминия и в поверхность пленки молибдена, то получится средняя глубина погружения в процессе сканирования поверхностей: 27 нм для

нитрида алюминия и 35 нм для молибдена. Амплитуду колебаний во время сканирования была около ~ 10 нм.

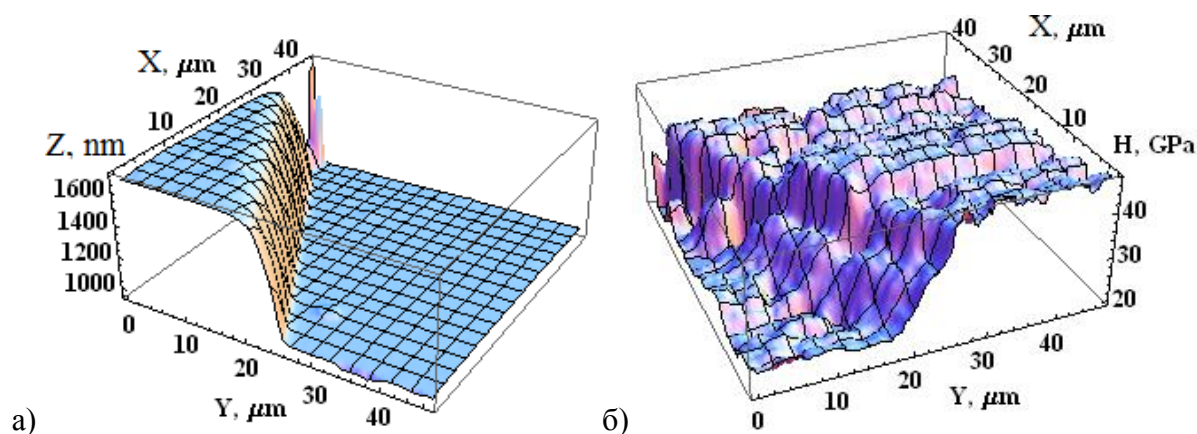


Рисунок 7.29 – а) топография поверхности б) рассчитанное значение твердости, полученные в результате сканирования границы нитрид алюминия - молибден.

Таким образом, сканирование было проведено при меньшем углублении, чем при инструментальном индентировании; влияние алмазной подложки должно быть меньше, чем в случае измерений, проведенных методом инструментального индентирования (рис. 7.28) и следовало ожидать, что эффективное значение E^* будет меньше соответствующей величины, полученной при помощи наноиндентирования. В связи с данным обстоятельством, определенная по измеренным значениям H/E^{*2} твердость H , оказывается завышенной. С другой стороны, средняя глубина деформируемого слоя молибдена 35 нм значима по сравнению с его толщиной, что приводит к значительному влиянию алмазной подложки на измеряемые данные.

В данной главе диссертационной работы представлены оценки тех механических напряжений, которые возникают в области контакта острия алмазного индентора пьезорезонансного зонда с исследуемой поверхностью, и определены уровни допустимых сдвигов резонансной частоты зонда, не приводящие к разрушению поверхностного слоя материала при сканировании.

Продемонстрирована возможность картографирования модуля упругости в процессе сканирования поверхности пьезорезонансным зондом с датчиком среднего значения силы прижима. Проведено исследование тестовых и экспериментальных образцов высокотехнологичных изделий.

Экспериментально подтверждена возможность количественного картографирования приведенного значения твердости материала в процессе сканирования и проведена оценка толщины того слоя материала, в котором происходит измерение твердости.

Проведено исследование гетерогенных и наноструктурированных тестовых структур с известными механическими свойствами и экспериментальных образцов, представляющих интерес для разработчиков нового радиоэлектронного оборудования.

Показано что для количественного картографирования модуля Юнга и приведенной индентационной твердости крайне важно использовать гибридный камертонный зонд с высокой чувствительностью по статической силе прижима. Такие параметры зонда легко достигаются простым утончением ножки используемого камертона. При этом происходит сдвиг диапазона регистрируемых сил вниз и силы из диапазона сотни нН становятся доступны для измерения. Верхняя границ силы доступной во время инструментального индентирования при этом, естественно, становится ниже, падая с типичных 100 мН до 10 мН.

Заключение

Данная диссертационная работа, посвященная разработке физических основ и методов использования гибридных резонансных датчиков в сканирующей зондовой микроскопии и инструментальном индентировании, касается широкого круга вопросов из областей физики конденсированного состояния и методов экспериментальной физики. При этом основное внимание, при выполнении исследований, уделялось именно физическим процессам, обеспечивающим работоспособность обсуждаемых в тексте приборов и методов измерения свойств тестируемых материалов. Подводя итог проделанной работы, хочется отметить следующие достигнутые в ходе написания диссертации научные, технические, метрологические, конструкторские и методические результаты.

1. При научной поддержке соискателя было разработано семейство приборов, способствовавшее появлению нового класса измерительного оборудования – сканирующих нанотвердомеров, активно использующихся при изучении однородных и наноструктурированных материалов, а также тонкослойных функциональных покрытий и поверхностно упрочненных изделий.

2. Благодаря детальному анализу физических процессов происходящих в области контакта острия зонда с исследуемым материалом расширен круг величин, измеряемых приборами семейства «НаноСкан». Стали доступны для измерения не только локальные значения высоты рельефа, но и численные значения приведенной индентационной твердости, модуля Юнга и удельного электрического сопротивления исследуемого материала на постоянном и переменном токе.

3. Создана физическая модель, описывающая поведение резонансного датчика включенного в состав автогенераторной схемы возбуждения его колебаний, и позволяющая корректно разделять консервативную и диссипативную составляющую сил взаимодействия острия зонда с поверхностью исследуемого материала.

4. Предложен гидродинамический механизм потерь колебательной энергии зонда при его контакте с поверхностью в случае наличия слоя вязкой жидкости на поверхности исследуемого материала.

5. Обоснована возможность получения карт механических и электрических свойств исследуемых материалов в ходе сканирования их поверхности в полуконтактном режиме с субмикронным пространственным разрешением.

6. Разработаны модели, увязывающие доступные для измерения физические величины: сила прижима, сдвиг резонансной частоты, амплитуда колебаний зонда, величина тока растекания и поданное напряжение – в единые функциональные зависимости. Это позволяет верифицировать получаемую информацию и определять неизвестные электрические свойства образца по известным механическим, и наоборот.

7. Произведена оценка влияния тепловых и дробовых шумов на предельно достижимые характеристики гибридного резонансного зонда. Оценка проведена для автогенераторного режима возбуждения колебаний зонда и оптического способа измерения величины изгиба зонда. Определены технически достижимые характеристики сканирующих нанотвердомеров, использующих в качестве чувствительного элемента гибридный датчик, работающий как в изгибном, так в резонансном режиме.

8. Разработаны научные подходы к проектированию базовых узлов сканирующих нанотвердомеров семейства «НаноСкан», сформулированы основные принципы работы такого рода приборов, создано несколько поколений сканирующих нанотвердомеров «НаноСкан».

9. Проведено сопряжение базовой конструкции «НаноСкан» с трехкоординатным гетеродинным лазерным интерферометром, приведшее к появлению отечественных метрологических АСМ, вошедших в состав двух государственных эталонов РФ.

10. С использованием приборов, изготовленных на основе разработанных физических моделей, получен ряд оригинальных результатов, касающихся свойств уникальных и перспективных материалов и покрытий. Наиболее полный список достижений можно найти в Приложениях А, Б и на сайте www.nanoscan.info.

Из анализа выпускаемого сегодня оборудования для инструментального индентирования хорошо видно, что при всем разнообразии конструкций наноинденторов всем им свойственны общие черты – наличие силозадающего элемента, то есть актюатора, измерителя перемещений и индентора, входящего в состав колебательной системы, с определенными значениями резонансной частоты и добротности. Большинство наноинденторов имеют возможность резонансного возбуждения зонда и контроль как постоянной, так и переменной составляющих силы и перемещения, поэтому результаты, представленные в данной диссертационной работе применимы к широкому классу приборов, осуществляющих наноиндентирование. На сегодняшний день наиболее полно полученные результаты используются в отечественных приборах семейства «НаноСкан».

Перенос разработанных для рассматриваемого гибридного резонансного датчика подходов и методов измерения на приборы с конструктивно другими измерительными узлами будет предметом дальнейших исследований соискателя.

Важным результатом проведенного исследования является демонстрация возможности количественного картографирования механических свойств исследуемого материала в процессе сканирования топографии поверхности. Для рассмотренной конструкции гибридного пьезорезонансного зонда камертонной конструкции такого рода измерения возможны для материалов с твердостью от 0,1 ГПа до 50 ГПа и модулем упругости Юнга от 5 ГПа до 1000 ГПа. При этом изменяя всего один параметр – уровень прижима острия индентора к поверхности, то есть сдвиг резонансной частоты зонда, осуществляется переход от измерения карт модуля упругости к получению карты приведенной индентационной твердости (H/E^2).

Детальная оценка свойственных данным методам систематических и случайных ошибок, а также методов калибровки резонансного зонда и формы острия индентора будет предметом дальнейших исследований.

Произведены оценки тех механических напряжений, которые возникают в области контакта алмазного острия пьезорезонансного зонда с исследуемой поверхностью, и определены уровни допустимых сдвигов резонансной частоты зонда, не приводящие к разрушению поверхностного слоя материала при сканировании.

Экспериментально продемонстрирована возможность картографирования модуля упругости в процессе сканирования поверхности пьезорезонансным зондом с датчиком среднего значения силы прижима для таких материалов как пластмассы, стекла, металлы и кристаллические вещества.

Экспериментально подтверждена возможность картографирования отношения твердости к квадрату модуля упругости в процессе сканирования и получены оценки значения толщины деформируемого слоя тестируемого материала.

Было проведено исследование ряда тестовых и экспериментальных материалов и структур с использованием разработанных физических моделей, новых методик измерения и подходов к обработке экспериментальных данных.

Усилия научного коллектива, в котором трудится соискатель, в данный момент направлены на разработку нового поколения сканирующих нанотвердомеров с повышенным уровнем цифровизации и роботизации, адаптированных для использования в полевых условиях и в составе автоматизированных производственных линий. Внедрение методов инструментального индентирования в практику заводского контроля сложных технических изделий и новых конструкционных материалов является одной из приоритетных задач дальнейших исследований.

Следует отметить, что поведение любого современного достаточно сложного измерительного прибора, и в частности СЗМ, определяется не только физическими процессами,

происходящими в области измерений, но также и схмотехническими решениями, примененными в его электронной части, которые естественным образом определяют рамки доступных измерений, а также точность получаемых результатов. Не вдаваясь в особенности электронной схмотехники сканирующего нанотвердомера, можно сказать, что представленные математические модели являются основой для физических измерений механических и электрических свойств образцов, а особенности электроники лишь корректируют получаемые результаты и могут быть учтены путем соответствующих калибровок на тестовых материалах.

Соответственно, одним из направлений дальнейших исследований будет переход к цифровым методам обработки информационных сигналов и разработка автономной системы управления прибором «НаноСкан», способной без участия оператора и персонального компьютера производить элементарные измерительные операции.

Важность проведенного комплексного рассмотрения обусловлена необходимостью понимания физических процессов, которые происходят в области контакта острия зонда с исследуемой поверхностью, так как без этого понимания невозможна грамотная разработка надежной и работоспособной конструкции прибора, осуществляющего количественные измерения свойств исследуемых материалов.

Эта ключевая задача – описание физических процессов, происходящих в области контакта, как раз и была решена в данной диссертационной работе. Понимание физики явлений всегда помогает и в изобретательской и конструкторской деятельности, поэтому практически все обсуждаемые идеи реализованы в «железе» и эффективных методиках измерений. Это подтверждено 12 положительными решениями по заявкам на изобретения и использованием предложенных подходов при разработке двух государственных эталонов РФ.

Работа в данном направлении будет продолжена, в том числе, с целью разработки и внедрения методик определения диаграмм напряжение-пластическая деформация (диаграмма сигма-эпсилон), получаемых методом инструментального индентирования с использованием сферических инденторов и численного моделирования методом конечных элементов, для конструкционных материалов, используемых в современном машиностроении.

Из проведенных исследований следует, что методом кривых подвода, контролируя амплитуду колебаний, частотный сдвиг и статическую силу, можно производить количественные измерения модуля упругости (E) и приведенного значения твердости (H/E^2) с пространственным разрешением не хуже 100 нм.

Аналитические и экспериментальные исследования демонстрируют возможность картографирования модуля упругости (E) и приведенного значения твердости (H/E^2) с субмикронным пространственным разрешением в процессе сканирования поверхности твердого

материала пьезорезонансным зондом. Такая возможность продемонстрирована для материалов с модулем упругости более 5 ГПа и твердостью большей 0,2 ГПа. Верхняя граница определяется механическими свойствами используемого индентора и для индентора из алмаза может достигать 50 ГПа по твердости и 1000 ГПа по модулю упругости (Юнга).

Возможность неразрушающего сканирования поверхности резонансным зондом с заданным радиусом кривизны кончика индентора определяется произведением относительного сдвига резонансной частоты на значение амплитуды колебаний в степени $3/2$. Для устранения микроразрушений поверхности необходимо минимизировать данную величину.

При картографировании приведенной твердости (H/E^2) происходит разрушение поверхностного слоя исследуемого материала. Экспериментально показано, что для используемых пьезорезонансных зондов и материалов с твердостью 0,2 ГПа глубина деформируемого слоя может не превышать 100 нм, а для материалов с твердостью 7 ГПа она может быть меньше 2 нм.

Одной из задач дальнейшего развития приборов семейства «НаноСкан» является расширение их технических возможностей и создание с использованием гетеродинных лазерных интерферометров метрологического АСМ с латеральным разрешением лучше 10 нм и неопределенностью при измерении высоты рельефа поверхности лучше 0,1 нм.

Представленное аналитическое рассмотрение режима токовых измерений привело к установлению ряда функциональных зависимостей измеряемых величин, позволяющих количественно определять величину локального значения удельного электрического сопротивления исследуемого материала, что подтверждается экспериментальными данными.

Проделанная работа позволила лучше понять механизмы влияния физических явлений, происходящих в области контакта индентора с поверхностью исследуемого материала, на макроскопические характеристики резонансного чувствительного зонда. Она стала существенным шагом на пути создания достаточно полного описания работы сканирующего зондового микроскопа нанотвердомера, использующего в качестве зонда гибридный резонансный датчик с автоколебательным режимом возбуждения колебаний и независимыми системами контроля силы прижима, частоты и амплитуды колебаний твердого индентора, установленного на зонде.

Полученные результаты позволяют организовать исследования направленные на углубление представлений о процессах, происходящих в твердых гетерогенных конденсированных средах при инструментальном индентировании, склерометрических испытаниях, изучении электропроводимости и пластической деформации материала.

Таким образом, данная диссертационная работа, по мнению автора, содержит теоретические положения, совокупность которых можно квалифицировать как научное достижение в области физики конденсированного состояния и методов измерения свойств материалов, расширяющие методическую базу измерений механических и электрических свойств твердых тел. Основные результаты касаются таких достаточно новых областей естествознания, как сканирующая зондовая микроскопия и инструментальное наноиндентирование. В работе решена междисциплинарная научно-техническая задача, имеющая существенное значение для отрасли научного приборостроения и изложены новые научно обоснованные технические решения, внедрение которых вносит значительный вклад в развитие методов контроля физических свойств однородных и гетерогенных материалов, находящихся в конденсированном состоянии.

Список сокращений

АСМ:	атомно-силовой микроскоп
СЗМ:	сканирующий зондовый микроскоп
СТМ:	сканирующий туннельный микроскоп
ПММА:	полиметилметакрилат
CSM:	continuous stiffness measurements
DMA:	dynamic measurements analysis
МЭМС:	микроэлектромеханическая система
JKR:	Johnson-Kendall-Roberts
DMT:	Derjaguin Muller Toporov
PZT:	piezoelectric ceramic material
LVDT:	linear variable differential transformer
ППФ:	полосно-пропускающий фильтр
DSP:	цифровой сигнальный процессор
НЖК:	нематические жидкие кристаллы
МВИ:	методика выполнения измерений
PNIPAm:	Poly N-isopropylacrylamide, temperature-responsive polymer
PCMCIA:	Peripheral Component Microchannel Interconnect Architecture
ЗНЛ:	зондовая нанолaborатория
PTB:	The Physikalisch-Technische Bundesanstalt, the National Metrology Institute of Germany

Список литературы

1. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. 2005. 110 p.
2. Applied Scanning Probe Methods V: Scanning Probe Microscopy Techniques / ed. Bhushan B., Fuchs H., Kawata S. Berlin: Springer, 2007. 344 p.
3. Sarid D. Exploring Scanning Probe Microscopy with Mathematica. Wiley-VCH, 2007. 310 p.
4. Cappella B., Dietler G. Force-distance curves by atomic force microscopy // Surf. Sci. Rep. 1999. Vol. 34, № 1–3. P. 1–104.
5. Boussinesq J. Application des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques // Gauthier-Villars. 1885.
6. Hertz H. Über die Berührung fester elastischer Körper. // J. für die reine und Angew. Math. 1881. Vol. 92. P. 156–171.
7. Sneddon I. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile // Int. J. Eng. Sci. 1965. Vol. 3, № 638. P. 47–57.
8. Akhremitchev B.B., Walker G.C. Finite Sample Thickness Effects on Elasticity Determination Using Atomic Force Microscopy: article // Langmuir. 1999. Vol. 15, № 17. P. 5630–5634.
9. Pharr G.M., Oliver W.C., Brotzen F.R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation // J. Mater. Res. 1992. Vol. 7, № 3. P. 613–617.
10. Johnson K. Contact mechanics. Cambridge University Press, 1987. 453 p.
11. Fischer-Cripps. Introduction to Contact Mechanics. 2nd ed. Springer, 2007. 226 p.
12. Mie G. Zur kinetischen Theorie der einatomigen Körper: article // Ann. Phys. WILEY-VCH Verlag, 1903. Vol. 316, № 8. P. 657–697.
13. Israelachvili J.N. Intermolecular and surface forces. second edi. London: Academic Press, 1991. 450 p.
14. Bradley R. The cohesive force between solid surfaces and the surface energy of solids: article // Philos. Mag. Ser. 7. 1932. Vol. 13, № 86. P. 853–862.
15. Derjaguin B. Untersuchungen über die Reibung und Adhäsion, IV: article // Kolloid-Zeitschrift. Springer-Verlag, 1934. Vol. 69, № 2. P. 155–164.
16. Krupp H. Particle adhesion, theory and experiment: article // Adv. Colloid Interface Sci. 1967. Vol. 1, № 2. P. 111–239.
17. Derjaguin B.V., Muller V.M., Toporov Y.P. Effect of contact deformations on the adhesion of particles // J. Colloid Interface Sci. 1975. Vol. 53, № 2. P. 314–326.
18. Muller V.M., Yushchenko V.S., Derjaguin B.V. On the influence of molecular forces on the deformation of an elastic sphere and its sticking to a rigid plane // J. Colloid Interface Sci. 1980. Vol. 77, № 1. P. 91–101.
19. Muller V., Derjaguin B., Toporov Y. On two methods of calculation of the force of sticking of an elastic sphere to a rigid plane // Colloids and Surfaces. 1983. Vol. 7. P. 251–259.

20. Tabor D. Surface forces and surface interactions: JOUR // J. Colloid Interface Sci. 1977. Vol. 58, № 1. P. 2–13.
21. Johnson K.L., Kendall K., Roberts a. D. Surface Energy and the Contact of Elastic Solids // Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci. 1971. Vol. 324, № 1558. P. 301–313.
22. Maugis D. Adhesion of spheres: the JKR-DMT transition using a Dugdale model // J. Colloid Interface Sci. 1992. Vol. 150, № 1.
23. Lowengrub M., Sneddon I. The distribution of stress in the vicinity of an external crack in an infinite elastic solid // Int. J. Eng. Sci. 1965. Vol. 3. P. 451–460.
24. Dugdale D. Yielding of steel sheets containing slits: article // J. Mech. Phys. Solids. 1960. Vol. 8, № 2. P. 100–104.
25. Griffith A.A. The Phenomena of Rupture and Flow in Solids: article // Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences. 1921. Vol. 221, № 582–593. P. 163–198.
26. Shi X., Zhao Y. Comparison of various adhesion contact theories and the influence of dimensionless load parameter // J. Adhes. Sci. Technol. 2004. № March 2013. P. 37–41.
27. Barenblatt G.I. The Mathematical Theory of Equilibrium Cracks in Brittle Fracture: incollection // Adv. Appl. Mech. / ed. H.L. Dryden Th. von Kármán G.K.F.H. van den D., Howarth L. Elsevier, 1962. Vol. 7. P. 55–129.
28. Greenwood J.A. On the DMT theory // Tribol. Lett. 2007. Vol. 26, № 3. P. 203–211.
29. Johnson K., Greenwood J. An adhesion map for the contact of elastic spheres // J. Colloid Interface Sci. 1997.
30. Kesari H. Mechanics of Hysteretic Adhesive Elastic Mechanical Contact Between Rough Surfaces. Stanford University, 2011.
31. Oliver W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // J. Mater. Res. 2004. Vol. 19, № 1. P. 3–20.
32. Fischer-Cripps A.C. Nanoindentation. New York: Springer-Verlag, 2011.
33. Булычев С.И., Алехин В.П., Шоршоров М.Х., Терновский А.П., Г.Д. Ш. Определение модуля Юнга по диаграмме вдавливания индентора // Заводская лаборатория. 1975. Vol. 41, № 9. P. 1137–1140.
34. Pharr G.M., Bolshakov A. Understanding nanoindentation unloading curves: article // J. Mater. Res. 2002. Vol. 17, № 10. P. 2660–2671.
35. Zitzler L., Herminghaus S., Mugele F. Capillary forces in tapping mode atomic force microscopy // Phys. Rev. B. 2002. Vol. 66, № 15. P. 1–8.
36. Willett C.D., Adams M.J., Johnson S.A., Seville J.P.K. Capillary Bridges between Two Spherical Bodies. 2000. № 10. P. 9396–9405.
37. Cleveland J.P., Anczykowski B., Schmid A.E., Elings V.B. Energy dissipation in tapping-mode atomic force microscopy // Appl. Phys. Lett. 1998. Vol. 72, № 20.
38. Hashemi N., Paul M.R., Dankowicz H., Lee M., Jhe W. The dissipated power in atomic force microscopy due to interactions with a capillary fluid layer // J. Appl. Phys. 2008. Vol. 104, № 6. P. 63518.

39. Maeda N., Israelachvili J.N., Kohonen M.M. Evaporation and instabilities of microscopic capillary bridges. // *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.* 2003. Vol. 100, № 3. P. 803–808.
40. Schenk M., Futing M., Reichelt R. Direct visualization of the dynamic behavior of a water meniscus by scanning electron microscopy // *J. Appl. Phys.* 1998.
41. Men Y., Zhang X., Wang W. Rupture kinetics of liquid bridges during a pulling process: a kinetic density functional theory study. // *J. Chem. Phys.* 2011. Vol. 134, № 12. P. 124704.
42. Jang J., Schatz G., Ratner M. Liquid meniscus condensation in dip-pen nanolithography // *J. Chem. Phys.* 2002.
43. Beaglehole D., Christenson H.K. Vapor Adsorption on Mica and Silicon : Entropy Effects , Layering , and Surface Forces. 1992. № 14. P. 3395–3403.
44. Eichhorn K., Forker W. The properties of oxide and water films formed during the atmospheric exposure of iron and low alloy steels // *Corros. Sci.* 1988. Vol. 28, № 8. P. 745–758.
45. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Теоретическая физика: Учеб. пособ.: Для вузов. В 10 т. Гидродинамика. 5th ed. Москва: Физматлит, 2001. 736 p.
46. Stachowiak G.W., Batchelor A.W. *Engineering Tribology*. 3rd ed. Butterworth-Heinemann. 832 p.
47. Слѣзкин Н.А. Динамика вязкой несжимаемой жидкости. Москва: Государственное издательство научно-теоретической литературы, 1955. 521 p.
48. Green C.P., Sader J.E. Small amplitude oscillations of a thin beam immersed in a viscous fluid near a solid surface: article // *Phys. Fluids*. 2005. Vol. 17, № 7. P.
49. Vinogradova O.I., Butt H.-J., Yakubov G.E., Feuillebois F. Dynamic effects on force measurements. I. Viscous drag on the atomic force microscope cantilever: article // *Rev. Sci. Instrum.* 2001. Vol. 72, № 5. P. 2330.
50. Vinogradova O., Yakubov G. Dynamic effects on force measurements. 2. Lubrication and the atomic force microscope // *Langmuir*. 2003. № 17. P. 1227–1234.
51. Barnocky G., Davis R.H. The effect of Maxwell slip on the aerodynamic collision and rebound of spherical particles // *J. Colloid Interface Sci.* 1988. Vol. 121, № 1. P. 226–239.
52. Cox R.G., Brenner H. Effect of finite boundaries on the Stokes resistance of an arbitrary particle Part 3. Translation and rotation // *J. Fluid Mech.* 1967. Vol. 28, № 2. P. 391.
53. Leighton D. Measurement of the hydrodynamic surface roughness of non-colloidal sphere // *Bull. Am. Phys. Soc.* 1986. Vol. 31. P. 1713.
54. Lauga E., Brenner M., Stone H. Microfluidics: the no-slip boundary condition // *arXiv Prepr. cond-mat/0501557*. 2005. № 2005.
55. Vinogradova O. Drainage of a thin liquid film confined between hydrophobic surfaces // *Langmuir*. 1995. Vol. 11, № 6. P. 2213–2220.
56. Hocking L. The effect of slip on the motion of a sphere close to a wall and of two adjacent spheres // *J. Eng. Math.* 1973. Vol. 7, № 3. P. 207–221.
57. Phan-Thien N. *Understanding viscoelasticity*. Berlin: Springer- Verlag Berlin Heidelberg, 2002. 426 p.
58. Meyer O. Theorie der elastischen Nachwirkung // *Ann. Phys.* 1874.

59. Malkin A. Rheology fundamentals. ChemTec Publishing, 1994.
60. Haddad Y. Viscoelasticity of engineering materials. London: Chapman & Hall, 1995. 378 p.
61. Vandamme M., Ulm F.-J. Viscoelastic solutions for conical indentation // *Int. J. Solids Struct.* 2006. Vol. 43, № 10. P. 3142–3165.
62. Lee E. Stress analysis in viscoelastic bodies // *Quart. Appl. Math.* 1955.
63. Findley W., Lai J., Onaran K. Creep and relaxation of nonlinear viscoelastic materials: with an introduction to linear viscoelasticity. 1976.
64. Lee E., Radok J. The contact problem for viscoelastic bodies // *J. Appl. Mech.* 1960. P. 438–444.
65. Radok J. Visco-elastic stress analysis // *Q. Appl. Math.* 1957. Vol. 15. P. 198–202.
66. Ting T. The contact stresses between a rigid indenter and a viscoelastic half-space // *J. Appl. Mech.* 1966. Vol. 4. P. 45–54.
67. Ting T. Contact problems in the linear theory of viscoelasticity // *J. Appl. Mech.* 1968.
68. Graham G. The contact problem in the linear theory of viscoelasticity when the time dependent contact area has any number of maxima and minima // *Int. J. Eng. Sci.* 1967. Vol. 5.
69. Li L.-Y., Wu C.-Y., Thornton C. A theoretical model for the contact of elastoplastic bodies // *Proc. Inst. Mech. Eng. Part C J. Mech. Eng. Sci.* 2001. Vol. 216, № 4. P. 421–431.
70. Beake B.D., Goodes S.R., Smith J.F. Micro-impact testing: A new technique for investigating thin film toughness, adhesion, erosive wear resistance, and dynamic hardness // *Surf. Eng.* 2001. Vol. 17, № 3. P. 187–192.
71. Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Loginov B.A., Useinov A.S. Mapping of mechanical properties of nanostructured materials using a piezoresonance probe // *Instruments Exp. Tech.* 2015. Vol. 58, № 3. P. 438–443.
72. Giessibl F. Forces and frequency shifts in atomic-resolution dynamic-force microscopy // *Phys. Rev. B.* 1997. Vol. 56, № 24. P. 10–15.
73. Giessibl F.J. Advances in atomic force microscopy: JOUR // *Rev. Mod. Phys. American Physical Society*, 2003. Vol. 75, № 3. P. 949–983.
74. Durig U. Relations between interaction force and frequency shift in large-amplitude dynamic force microscopy // *Appl. Phys. Lett.* 1999. Vol. 433, № May. P. 1–4.
75. Bielefeldt H., Giessibl F.J. A simplified but intuitive analytical model for intermittent-contact-mode force microscopy based on Hertzian mechanics // *Surf. Sci.* 1999. Vol. 440, № 3. P. L863–L867.
76. Giessibl F.F.J., Bielefeldt H. Physical interpretation of frequency-modulation atomic force microscopy: JOUR // *Phys. Rev. B. American Physical Society*, 2000. Vol. 61, № 15. P. 9968–9971.
77. Schneiderbauer M., Wastl D., Giessibl F.J. qPlus magnetic force microscopy in frequency-modulation mode with millihertz resolution. // *Beilstein J. Nanotechnol.* 2012. Vol. 3. P. 174–178.
78. <http://nanomechanicsinc.com> [Electronic resource].
79. <http://nanoscience.com> [Electronic resource].

80. Barbakadze N., Enders S., Gorb S., Arzt E. Local mechanical properties of the head articulation cuticle in the beetle *Pachnoda marginata* (Coleoptera, Scarabaeidae). // J. Exp. Biol. 2006. Vol. 209, № Pt 4. P. 722–730.
81. http://www.uwyo.edu/cs_han/ni/g200.pdf [Electronic resource].
82. Усеинов А., Решетов В., Маслеников И., Кравчук К. ISO - это просто! // Наноиндустрия. 2015. Vol. 7. P. 52–61.
83. <http://phi-gmbh.eu/wp-content/uploads/2013/10/Electrostatic-Actuation.pdf> [Electronic resource].
84. LVDT Basics. URL: http://www.macrosensors.com/lvdt_tutorial.html (дата обращения 13.04.2016).
85. Leroux P. Material testing apparatus with non-contact sensor (US 8281648 B2). 2008.
86. Gogolinskii K.V., Reshetov V.N. Use of scanning probe microscopes for analysis of the structure and mechanical properties of materials at a submicrometer and nanometer resolution (review) // Ind. Lab. 1998. Vol. 64, № 6.
87. Golovinskij K.V., Reshetov V.N. The measurement of mechanical properties of surface by scanning microscopy in regime of contact dynamical scanning // Poverkhnost Rentgen. Sink. i Nejtr. Issled. 2001. № 4.
88. Useinov A., Gogolinskiy K., Reshetov V. Mutual consistency of hardness testing at micro- and nanometer scales // Int. J. Mater. Res. 2009. Vol. 100, № 7. P. 968–972.
89. Gogolinskii K.V., Reshetov V.N., Useinov A.S. Unification of hardness determination and possibility of transferring it to dimensional values // Meas. Tech. 2011. Vol. 54, № 7. P. 781–789.
90. Бланк В.Д., Гоголинский К.В., Решетов В.Н., Сошников А.И., Терентьев С.А.. Зондовое устройство. Патент на изобретение РФ № 2313776 от 27.04.2006. Патент России № 2006114153 от 27.04.2006.
91. Гоголинский К.В., Мещеряков В.В., Решетов В.Н., Мелекесов Э.В., Усеинов А.С. Устройство для измерения параметров рельефа поверхности и механических свойств материалов. Патент на изобретение РФ № 2510009 С1 от 09.10.2012 // 20.03.2014, Бюл. №8.
92. Гоголинский К.В., Мелекесов Э.В., Мещеряков В.В., Решетов В.Н., Усеинов А.С. Сканирующий нанотвердомер. Патент на полезную модель № 96428 от 27.07.2010.
93. XIII Российско-Китайский Симпозиум “Новые материалы и технологии” Под общей редакцией академика К.А.Солнцева Том I 21 – 25 сентября 2015 г. Казань, // XIII Российско-Китайский Симпозиум “Новые материалы и технологии” Под общей редакцией академика К.А.Солнцева Том I. Казань.
94. Гоголинский К.В., Мелекесов Э.В., Мещеряков В.В., Решетов В.Н., Усеинов А.С., Кузнецов А.П., Лысенко В.Г. Сканирующий зондовый микроскоп-нанотвердомер, совмещенный с оптической системой линейных измерений. Патент на полезную модель № 96429 от 27.07.2010 /.
95. Гоголинский К.В., Мещеряков В.В., Решетов В.Н., Мелекесов Э.В. Большепольный сканирующий нанотвердомер. Патент на полезную модель RUS 122177 от 24.02.2012.
96. Гоголинский К.В., Решетов В.Н., Круглов Е.В. Устройство для измерения физико-

- механических свойств материалов. Патент на изобретение РФ № 2425356 от 27.07.2011, Б. И. №21.
97. Гоголинский К.В., Решетов В.Н., Мещеряков В.В., Мелекесов Э.В., Усеинов А.С. Устройство для измерения параметров рельефа поверхности и механических свойств материалов. Патент на изобретение РФ №2442131 от 10.02.2012, Бюл. №4.
 98. Решетов В.Н., Гоголинский К.В. Сканирующий зондовый микроскоп и способ измерения свойств поверхностей этим микроскопом Патент на изобретение РФ № 2109369 // Б.И. 1998. № 11.
 99. Решетов В.Н., Усеинов А.С., Мелекесов Э.В., Маслеников И.И. Устройство для измерения физико-механических свойств материалов. Патент на полезную модель №С. Заявка № 2015150228 от 24 ноября 2015г.
 100. Баранова Е.О., Круглов Е.В., Решетов В.Н., Гоголинский К.В. Расчет напряженно-деформированного состояния зонда при статических измерениях СЗМ «НаноСкан» // Датчики и системы. 2010. № 3. Р. 49–52.
 101. Soshnikov A.I.I., Gogolinsky K.V., Blank V.D.D., Reshetov V.N. The measurement of electrical properties of nanostructures with use of conductive diamond tip // J. Phys. Conf. Ser. 2007. Vol. 61, № 1. P. 730–734.
 102. Бланк В.Д., Попов М.Ю., Дубицкий Г.А., Буга С.Г., Львова Н.А., Гоголинский К.В., Решетов В.Н. Наконечник для измерения механических параметров материалов Патент на изобретение РФ № 2126536 от 20.02.1999. // Б.И. 1999. №5. Приоритет от 31.11.1996 г.
 103. Blank V., Popov M., Lvova N., Gogolinsky K., Reshetov V. Nano-sclerometry measurements of superhard materials and diamond hardness using scanning force microscope with the ultrahard fullerite C 60 tip // J. Mater. Res. 1997. Vol. 12, № 11. P. 3109–3114.
 104. Blank V.D., Popov M.Y., L'vova N.A., Gogolinskiĭ K.V., Reshetov V.N. Plasticity of diamond at room temperature and determination of its hardness using an atomic force microscope with an ultrahard C60 fullerite tip // Tech. Phys. Lett. 1997. Vol. 23, № 7.
 105. Blank V., Popov M., Pivovarov G., Lvova N., Gogolinsky K., Reshetov V. Ultrahard and superhard phases of fullerite C₆₀: Comparison with diamond on hardness and wear // Diam. Relat. Mater. 1998. Vol. 7, № 2–5.
 106. Lapshin D.A., Reshetov V.N., Sekatskii S.K., Letokhov V.S. Contact mode near-field microscope // Ultramicroscopy. 1999. Vol. 76, № 1–2.
 107. Lapshin D.A., Sekatskiĭ S.K., Letokhov V.S., Reshetov V.N. Contact scanning near-field optical microscopy // JETP Lett. 1998. Vol. 67, № 4.
 108. Gogolinskii K.V., Kosakovskaya Z.Y.Y., Reshetov V.N.N., Chaban A.A.A. Elastic and mechanical properties of films formed by dense layers of carbon nanotubes: article // Acoust. Phys. 2002. Vol. 48, № 6. P. 673–677.
 109. Useinov A.S., Gogolinskiy K.V., Reshetov V.N. Mutual consistency of hardness testing at micro-and nanometer scales // Int. J. Mater. Res. 2009. Vol. 100, № 7. P. 968–972.
 110. Усеинов А.С., Гоголинский К.В., Решетов В.Н. Измерение механических свойств сверхтвердых алмазоподобных углеродных покрытий // Известия ВУЗов. Химия и химическая технология. 2011. Vol. 54, № 7. P. 51–54.
 111. Fan X., Kravchuk K., Nash M., Naumenko U., Reshetov V., Rochev Y. Nanoscracth behavior

- of ultrathin thermoresponsive coatings // 24th European Conference on Biomaterials - Annual Conference of the European Society for Biomaterials. 2011.
112. Решетов В.Н., Гоголинский К.В. Устройство для измерения механических характеристик материалов Патент на изобретение РФ № 2108561 // Б.И. 1998. № 10.
 113. Gogolinskii K.V., Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S. A multipurpose probe sensor for scanning nanohardness testers: JOUR // Instruments Exp. Tech. Springer US, 2013. Vol. 56, № 5. P. 576–583.
 114. Мещеряков, В., Маслеников И., Решетов В., Усеинов А. Использование резонансной частоты колебаний индентора для повышения разрешения при измерении нагрузки индентирования // Наноиндустрия. 2016. Vol. 68, № 6. P. 70–77.
 115. Усеинов А., Кравчук К., Маслеников И., Решетов В., Фомкина М. Исследование прочности микрообъектов с помощью сканирующего нанотвердомера “НаноСкан” // Наноиндустрия. 2015. Vol. 58, № 4. P. 54–60.
 116. Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И., А.Усеинов, К.Кравчук И.М. Получение томограммы механических свойств методами наноиндентирования // Наноиндустрия. 2014. № 1. P. 34–39.
 117. Маслеников И., Гладких Е., Усеинов А., Решетов В., Логинов Б. Построение объемных карт механических свойств в режиме динамического механического анализа // Наноиндустрия. 2016. Vol. 64, № 2. P. 36.
 118. Li X., Bhushan B. A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications // Mater. Charact. 2002. Vol. 48, № 1. P. 11–36.
 119. Agilent Continuous Stiffness Measurement (CSM) Option Data Sheet. URL: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5990-4183EN.pdf> (дата обращения 13.04.2016).
 120. Syed Asif S.A., Wahl K.J., Colton R.J. Nanoindentation and contact stiffness measurement using force modulation with a capacitive load-displacement transducer // Rev. Sci. Instrum. 1999. Vol. 70, № 1999. P. 2408.
 121. Pittenger B. HarmoniX TM Microscopy for Materials Characterization, Veeco Application Note. P. 1–6.
 122. Sahin O., Erina N. High-resolution and large dynamic range nanomechanical mapping in tapping-mode atomic force microscopy. // Nanotechnology. 2008. Vol. 19, № 44. P. 445717.
 123. Pittenger B., Su C. Quantitative mechanical property mapping at the nanoscale with PeakForce QNM // Appl. Note Veeco Instruments Inc.
 124. Dokukin M.E., Sokolov I. Quantitative mapping of the elastic modulus of soft materials with HarmoniX and PeakForce QNM AFM modes. // Langmuir. 2012. Vol. 28, № 46. P. 16060–16071.
 125. Syed Asif S.A., Wahl K.J., Colton R.J., Warren O.L. Quantitative imaging of nanoscale mechanical properties using hybrid nanoindentation and force modulation // J. Appl. Phys. 2001. Vol. 90, № 3. P. 1192.
 126. Crawford B. Stiffness Mapping: a Dynamic Imaging Technique. Application Note. URL: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5990-6329EN.pdf> (дата обращения 12.04.2016). P. 1–8.

127. Frank S. Innovations in Portable Hardness Testing. URL: <http://www.ndt.net/article/v06n09/frank/frank.htm> (дата обращения 13.04.2016).
128. Kleesattel C., Gladwell G.M.L. The contact-impedance meter-3 // *Ultrasonics*. 1969. Vol. 7, № 1. P. 57–62.
129. *Hardness Testing: Principles and Applications*. / ed. Herrmann K. ASM International, 2011. 255 p.
130. Kleesattel C., Gladwell G.M.L. The contact - impedance meter-1 // *Ultrasonics*. 1968. Vol. 6, № 3. P. 175–180.
131. Gladwell G.M.L., Kleesattel C. The contact- impedance meter - 2 // *Ultrasonics*. 1968. Vol. 6, № 4. P. 244–251.
132. Малов В.В. Пьезорезонансные датчики. Москва: Энергоатомиздат, 1989. 272 p.
133. Ганзий Д.А., Кравчук К.С., Маслеников И.И., Прокудин С.В. Исследование локальных электрических свойств и фазовых переходов методом наноиндентирования // *Известия высших учебных заведений. Серия Химия и химическая технология*. 2012. Vol. 55, № 6. P. 59–62.
134. Boocock B.D., Maundert L. Vibration of a symmetric tuning-fork // *J. Mech. Eng. Sci.* 1969. Vol. 11, № 4. P. 364–375.
135. Morita S., Wiesendanger R., Meyer E. Noncontact Atomic Force Microscopy // *Noncontact Atomic Force Microscopy*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2002. Vol. 2. P. 440.
136. Rossing T.D., Russell D.A., Brown D.E. On the acoustics of tuning forks // *American Journal of Physics*. 1992. Vol. 60, № 7. P. 620.
137. Friedt J.-M., Carry E. Introduction to the quartz tuning fork // *Am. J. Phys.* 2007. Vol. 75, № 5. P. 415.
138. Ballas R.G. Piezoelectric Multilayer Beam Bending Actuators. Berlin: Springer, 2006.
139. *Springer Handbook of Nanotechnology* / ed. Bhushan B. 2010. 1577 p.
140. Анищенко В.С., Астахов В.В., Вадивасова Т.Е. Регулярные и хаотические автоколебания. Синхронизация и влияние флуктуаций. М.: Интеллект, 2009. 312 p.
141. Hölscher H., Gotsmann B., Allers W., Schwarz U., Fuchs H., Wiesendanger R. Measurement of conservative and dissipative tip-sample interaction forces with a dynamic force microscope using the frequency modulation technique // *Phys. Rev. B*. 2001. Vol. 64, № 7. P. 1–6.
142. Пьезокерамические материалы и элементы. URL: http://www.elparpiezo.ru/Catalogs/Catalog_of_piezoceramic.pdf (дата обращения 13.04.2016).
143. Богущ М.В. Проектирование пьезоэлектрических датчиков на основе пространственных электротермоупругих моделей. Москва: Техносфера, 2014. 312 с. + 12 с. цв.вкл p.
144. Букингом М. Шумы в электронных приборах и системах. Москва: Мир, 1986. 399 p.
145. Рытов С.М. Введение в статистическую радиофизику. Москва: Наука, 1976. 484 p.
146. Hempstead R.D., Lax M. Classical Noise. VI. Noise in Self-Sustained Oscillators near Threshold: article // *Phys. Rev. American Physical Society*, 1967. Vol. 161, № 2. P. 350–366.
147. Lax M. Classical Noise. V. Noise in Self-Sustained Oscillators: article // *Phys. Rev. American Physical Society*, 1967. Vol. 160, № 2. P. 290–307.

148. Useinov A.S.A.S.A. A Nanoindentation Method for Measuring the Young Modulus of Superhard Materials Using a NanoScan Scanning Probe Microscope // Instruments Exp. Tech. 2004. Vol. 47, № 1. P. 119–123.
149. Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S. Mapping the elastic modulus of a surface with a NanoScan 3D scanning microscope // Instruments Exp. Tech. 2015. Vol. 58, № 5. P. 711–717.
150. Shimamoto A., Tanaka K., Akiyama Y., Yoshizaki H. Nanoindentation of glass with a tip-truncated Berkovich indenter // Philos. Mag. A. 1996. Vol. 74, № 5. P. 1097–1105.
151. Sawa T., Akiyama Y., Shimamoto A., Tanaka K. Nanoindentation of a 10 nm thick thin film // J. Mater. Res. 1999. Vol. 14, № 6. P. 4–8.
152. Lawn B.R., Howes V.R. Elastic recovery at hardness indentations // J. Mater. Sci. 1981. Vol. 16. P. 2745–2752.
153. Pharr G.M., Strader J.H., Oliver W.C. Critical issues in making small-depth mechanical property measurements by nanoindentation with continuous stiffness measurement // J. Mater. Res. 2009. Vol. 24, № 3. P. 653–666.
154. Slade P. Electrical Contacts: Principles and Applications. New York: CRC Press, 1999. 1104 p.
155. Soshnikov A.I., Kravchuk K.S., Maslenikov I.I., Ovchinnikov D.V., Reshetov V.N. Measuring the local resistivity by the nanoindentation and force-spectroscopy methods // Instruments Exp. Tech. 2013. Vol. 56, № 2. P. 233–239.
156. Polyakov S.N., Denisov V.N., N.V.Kuzmin, Kuznetsov M.S., Martyushov S.Y., Nosukhin S.A., Terentiev S.A., Blank V.D. Characterization of top-quality type {IIa} synthetic diamonds for new X-ray optics: article // Diam. Relat. Mater. 2011. Vol. 20, № 5–6. P. 726–728.
157. Bormashov V.S., Tarelkin S.A., Buga S.G., Kuznetsov M.S., Terentiev S.A., Semenov A.N., Blank V.D. Electrical properties of the high quality boron-doped synthetic single-crystal diamonds grown by the temperature gradient method // Diam. Relat. Mater. 2013. Vol. 35, № May. P. 19–23.
158. Maslenikov I.I., Reshetov N. V. Resonance Oscillation Damping of a Scanning Microscope Probe by a Near Surface Viscous Liquid Layer: article // Acoust. Phys. 2016. Vol. 62, № 3. P. 392–397.
159. http://www.engineeringtoolbox.com/dynamic-viscosity-motor-oils-d_1759.html.
160. Deladi E., Rooij M. De, Schipper D. Modelling of static friction in rubber–metal contact // Tribol. Int. 2007. Vol. 40, № 4. P. 588–594.
161. Kuznetsov A.P., Kazieva T.V., Gubskiy K.L., Maslenikov I.I., Reshetov V.N. Heterodyne Interferometer for the Metrological Assurance of the Devices Measuring Physical Properties of Nanostructured Materials // Phys. Procedia. 2015. Vol. 72. P. 189–193.
162. Gogolinskii K.V., Gubskii K.L., Kuznetsov A.P., Reshetov V.N., Maslenikov I.I., Golubev S.S., Lysenko V.G., Rumyantsev S.I. Investigation of the metrological characteristics of a scanning probe measuring microscope using TGZ type calibration gratings optophysical measurements: article // Meas. Tech. Springer, 2012. Vol. 55, № 4. P. 1–6.
163. Tabor D. The Hardness of Metals. Oxford: Clarendon Press, 1951. 102 p.
164. Zhang P., Li S.X., Zhang Z.F. General relationship between strength and hardness // Mater. Sci. Eng. A. 2011. Vol. 529. P. 62–73.

165. Kazieva T.V., Kuznetsov A.P., Gubskiy K.L., Reshetov V.N. Three-coordinate laser heterodyne interferometer for metrological assurance of scanning probe microscopes // *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*. 2015. Vol. 9442.
166. Useinov A.S., Kravchuk K.S., Rusakov A. a., Krasnogorov I.V., Kuznetsov A.P., Kazieva T.V. Indenter Shape Characterization for the Nanoindentation Measurement of Nanostructured and Other Types of Materials // *Phys. Procedia*. 2015. Vol. 72. P. 194–198.
167. Kazieva T.V., Kuznetsov A.P., Ponarina M.V., Gubskiy K.L., Reshetov V.N. Metrological characterization of nm-range dynamic etalons using a heterodyne interferometer // *J. Phys. Conf. Ser.* 2016. Vol. 747, № 1.
168. Kazieva T.V., Kuznetsov A.P., Gubskiy K.L., Reshetov V.N., Ponarina M.V., Antonov A.S., Useinov A.S. SPM metrological assurance using a heterodyne interferometer // *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*. 2015. Vol. 9636.
169. Gogolinskii K.V., Gubskii K.L., Kuznetsov A.P., Reshetov V.N. Investigation into sources of random uncertainties in the NanoScan-3Di metrological scanning probe microscope // *Nanotechnologies Russ.* 2013. Vol. 8, № 5–6.
170. Korol'kov V.P., Konchenko S.A. Spectrophotometric method for measuring the groove depth of calibration reflection gratings: *JOUR // Optoelectron. Instrum. Data Process.* Allerton Press, Inc., 2012. Vol. 48, № 2. P. 211–217.
171. Test structures TGXYZ series. URL: <http://www.spmtips.com/test-structures-TGXYZ-series.html> (дата обращения 13.04.2016).
172. TGZ2 URL: <http://www.ntmdt-tips.com/products/view/tgz2> (дата обращения 13.04.2016).
173. Nadim M., Williams K. *An Introduction to Microelectromechanical Systems Engineering*. Artech House, 2000. 265 p.
174. Zhou Z., Wang Z., Lin L. *Microsystems and nanotechnology* // *Microsystems and Nanotechnology*. Springer, 2012. 1004 p.
175. Joslin D.L., Oliver W.C. A new method for analyzing data from continuous depth-sensing microindentation tests // *J. Mater. Res.* 1990. Vol. 5, № 1. P. 123–126.

Приложение А.

Рекламный буклет приборов семейства «НаноСкан»



ОГЛАВЛЕНИЕ

О НАНОСКАН	3
ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ.....	4
РЕЖИМЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ МЕТОДИКИ. ИЗМЕРЯЕМЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ	5
МОДЕЛЬНЫЙ РЯД ПРИБОРОВ СЕРИИ «НАНОСКАН» ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ МОДУЛИ.....	6
ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ УЗЛЫ И ДАТЧИКИ	14
СЕРВИС АДАПТАЦИЯ / МОДЕРНИЗАЦИЯ ОБОРУДОВАНИЯ ИЗМЕРЕНИЯ НА ЗАКАЗ	15
ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ МЕТОДИКИ	16
ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ	26

О НАНОСКАН

О НАНОСКАН

На протяжении 20 лет ФГБНУ ТИСНУМ является лидером отечественного аналитического приборостроения в области исследования физико-механических свойств поверхности материалов. Сканирующие нанотвердомеры семейства «НаноСкан™» разрабатываются и выпускаются с 1995 года.

В основе приборов семейства «НаноСкан» заложен модульный принцип построения измерительной системы. Конечная конфигурация прибора подбирается индивидуально в соответствии с требованиями и особенностями каждого конкретного пользователя. При формировании измерительной платформы используется целый ряд модулей и дополнительных датчиков, в том числе:

- модуль индентирования;
- модуль оптического микроскопа;
- модуль атомно-силового микроскопа;
- универсальный модуль нано-механических испытаний;
- модуль измерения электрических свойств;
- датчик боковой нагрузки;
- узел in-situ сканирования;
- нагревательный предметный столик.

На базе флагманской модели «НаноСкан-4D» реализовано более 30 различных измерительных методик, охватывающих все основные виды измерений физико-механических свойств на субмикронных и нанометровых масштабах линейных размеров.

Отличительной особенностью приборов «НаноСкан» является высокая степень автоматизации проводимых измерений. Управляющее программное обеспечение позволяет сконфигурировать практически любой набор измерительных процедур, после чего заданная последовательность испытаний выполняется без участия оператора. Данная функция особенно удобна при технологическом контроле качества материалов. Программа обработки позволяет выполнять пакетный обсчет экспериментальных данных с последующим выводом результатов измерений, включая широкий набор их статистических параметров.

Перечисленные функциональные возможности позволяют применять «НаноСкан» не только в исследовательских, но и в заводских лабораториях. Кроме того, специализированные модификации нанотвердомера «НаноСкан-4D» используются и в условиях промышленного производства, в задачах технологического контроля. Оригинальные технические решения, применяемые в приборах семейства «НаноСкан», защищены патентами Российской Федерации.

Значительная часть исследований, связанных с разработкой приборов «НаноСкан», выполнена в рамках грантов Министерства образования и науки России.

«НаноСкан» и «NanoScan» являются зарегистрированными товарными знаками ФГБНУ ТИСНУМ.



ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ РЕЖИМЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЯЕМЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

ОБЛАСТИ ПРИМЕНЕНИЯ

Уникальные возможности приборов семейства «НаноСкан» позволяют применять их как в традиционных для нанотвердомеров и СЗМ приложениях, так и в областях недоступных для таких приборов. Сканирующие нанотвердомеры «НаноСкан» применяются для исследований механических и электрических свойств, а также измерения линейных размеров и контроля качества поверхностей по следующим направлениям.

Материаловедение: научные исследования и инженерные приложения:

- нанофазные и композитные материалы;
- ультрадисперсные твердые сплавы;
- новые твердые и сверхтвердые материалы;
- конструкционные наноматериалы: сплавы, композиты, керамики;
- тонкие пленки и покрытия;
- углеродные наноматериалы и волокна.

Промышленность: автомобилестроение, авиастроение и космос, станкостроение:

- новые конструкционные и функциональные наноматериалы;
- покрытия для защиты и снижения износа деталей;
- покрытия на режущем инструменте;
- контроль свойств твердосплавного инструмента;
- алмазы и алмазные порошки.

Энергетика:

- наноструктурированные материалы для ядерной энергетики;
- покрытия для турбинных лопаток.

Метрология:

- измерение линейных размеров в нанометровом диапазоне с помощью трехкоординатного лазерного интерферометра.

Приборостроение:

- новые полупроводниковые материалы;
- оптические компоненты;
- микро- и нанoeлектромеханические системы (МЭМС и НЭМС);
- микроканальные пластины для приборов ночного видения;
- устройства хранения информации;
- нанолитография.

Строительство, инфраструктура:

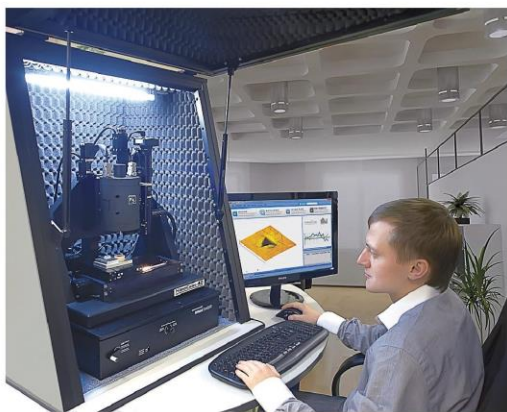
- защитные покрытия для изделий из пластика;
- декоративные и функциональные покрытия стекол и металлов.

Медицина:

- стоматология;
- импланты из наноструктурированных материалов;
- биологически активные покрытия;
- стенты.

Образование:

- курс лабораторных работ по наноиндентированию и зондовой микроскопии.



Все измерения с помощью приборов семейства «НаноСкан» проводятся на открытом воздухе, без специального вакуумного оборудования или термической обработки образцов. Конструктивные особенности и функциональные возможности приборов позволяют использовать их не только в научных лабораториях, но и для технологического контроля на производстве.

РЕЖИМЫ ИЗМЕРЕНИЙ И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ МЕТОДИКИ

Механические свойства:

- инструментальное индентирование в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 8.748-2011 и ISO 14577;
- измерение микротвердости по ГОСТ 9450-76 и твердости по Виккерсу по ГОСТ 2999-75;
- склерометрия (измерение твердости царапанием) с постоянной или переменной нагрузкой;
- силовая спектроскопия;
- механическая нанолитография;
- измерение жесткости балок и мембран;
- построение зависимостей твердости и модуля упругости от глубины внедрения индентора;
- автоматизированное построение двумерных и трехмерных карт распределения твердости и модуля упругости по поверхности в поле до 100x100 мм;
- проведение измерений адгезии методом прилипания-скольжения;
- измерения в жидкой среде.

Нанотрибология:

- циклическое истирание поверхности при поддержании заданной нагрузки;
- проведение нано-трибологических испытаний в присутствии смазки на исследуемой поверхности.

Оптическая микроскопия:

- выбор области для наномеханических испытаний;
- измерение размеров объектов и высокоточное позиционирование.

Режимы in-situ сканирования:

- измерение профилограммы поверхности на линейной базе до 15 мм;

- полуконтактное динамическое сканирование рельефа алмазным индентором.

Локальные электрические свойства:

- измерение ВАХ при контролируемой нагрузке или глубине внедрения индентора;
- измерение тока растекания при наномеханических испытаниях.

Атомно-силовая микроскопия:

- атомно-силовая контактная микроскопия (AFM);
- атомно-силовая микроскопия в режиме прерывистого контакта (VAFM);
- сканирующая туннельная микроскопия (STM);
- атомно-силовая микроскопия высоких магнитных полей образца (M-AFM);
- атомно-силовая микроскопия электропроводности и электрических потенциалов образца (EAFM);
- атомно-силовая микроскопия упругих свойств образца (FM-AFM);
- атомно-силовая микроскопия трения на поверхности образца (LF-AFM);
- атомно-силовая микроскопия вязкости образца (V-AFM);
- атомно-силовая микроскопия адгезионных свойств образца (AD-AFM);
- литография в режиме атомно-силовой микроскопии (AFM-LIT);
- измерение твердости по изображению восстановленного отпечатка;
- расчет расширенного набора параметров шероховатости по двумерным и трехмерным изображениям рельефа поверхности в соответствии с рекомендациями международных стандартов ISO 3274, ISO 4287, ISO 13565 и ISO 16610.

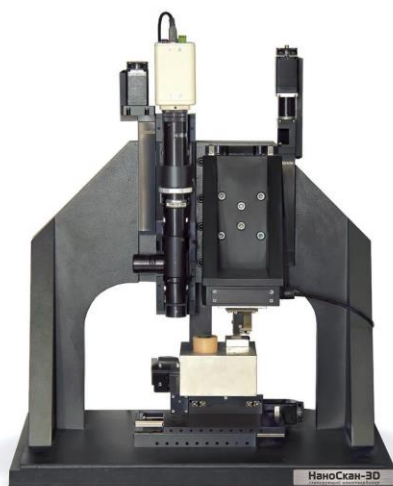
ИЗМЕРЯЕМЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

- микротвердость;
- нанотвердость;
- модуль упругости (Юнга);
- тангенс угла механических потерь;
- степень упругого восстановления;
- адгезия;
- толщина покрытий;
- поверхностная карта механических свойств;
- зависимость механических свойств от глубины;
- томограмма механических свойств;

- жесткость и перемещение микроконструкций;
- трещиностойкость;
- износостойкость;
- линейная интенсивность износа;
- коэффициент трения;
- боковая нагрузка при царапании;
- рельеф поверхности;
- параметры шероховатости;
- вольт-амперные характеристики области контакта;
- удельное электрическое сопротивление.

МОДЕЛЬНЫЙ РЯД ПРИБОРОВ СЕРИИ «НАНОСКАН» ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ МОДУЛИ

МОДЕЛЬНЫЙ РЯД ПРИБОРОВ СЕРИИ «НАНОСКАН»

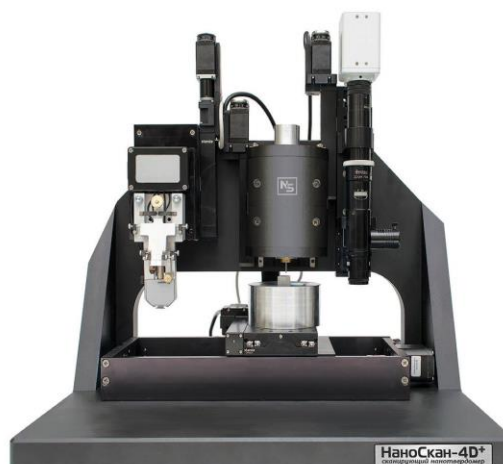


«НаноСкан-3D»

В основе модельного ряда приборов семейства «НаноСкан» лежит модульный принцип. Ключевым элементом каждой измерительной платформы является базовый измерительный модуль: для приборов серии «4D» - это модуль индентирования, для приборов серии «3D» - это универсальный модуль нано-механических испытаний.

Базовый модуль приборов серии «НаноСкан-3D» реализует ряд методов измерения механических свойств, а также обладает возможностью сканирования поверхности. В то же время, верхний диапазон перемещений для данного модуля ограничен 10 мкм, а максимальное усилие составляет 50 мН.

Базовый модуль приборов серии «НаноСкан-4D» позволяет производить индентирование в соответствии с рекомендациями стандартов ISO 14577 и ГОСТ Р 8.748-2011 в широком диапазоне нагрузок и перемещений. Базовый ва-



«НаноСкан-4D»

риант позволяет производить индентирование с глубиной до 300 мкм и нагрузкой до 1 Н. При необходимости, в соответствии с потребностями пользователя, максимальные диапазоны могут быть расширены до 2 Н и 1 мм.

В зависимости от размера выбранной платформы прибор может содержать один, два или три измерительных модуля. В качестве дополнительных модулей к базовому могут использоваться оптический микроскоп или модуль АСМ. В зависимости от серии прибора, на него могут устанавливаться дополнительные узлы, такие как датчик боковой нагрузки, нагревательный предметный столик и другие.

Подробная информация о дополнительных узлах и датчиках приведена на странице 14. Прибор серии «НаноСкан-3D» может быть оснащен трехкоординатным гетеродинным интерферометром.

ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ МОДУЛЬ: ИНДЕНТИРОВАНИЕ

Назначение:

Модуль предназначен для измерения механических свойств материалов в широком диапазоне прикладываемых нагрузок и глубин. Данный модуль применяется как для исследования достаточно твердых материалов (сапфир и тверже), так и очень мягких полимерных материалов, пластиков и резин. Исследование такого широкого спектра материалов возможно благодаря использованию системы нагружения с беспрецедентно большим диапазоном рабочего хода.

Данный модуль также применяется для измерения износостойкости и нанесения царапин с целью определения механических и адгезионных свойств материалов. При использовании с датчиком боковой нагрузки возможно измерение боковой нагрузки и коэффициента трения.

Режимы и методики:

- инструментальное индентирование в соответствии с рекомендациями ГОСТ Р 8.748-2011 и ISO 14577;
- измерение микротвердости по ГОСТ 9450-76 и твердости по Виккерсу по ГОСТ 2999-75;
- склерометрия (измерение твердости царапанием) с постоянной или переменной нагрузкой;
- профилирование поверхности;
- динамическое измерение жесткости;
- механическая нанолитография;
- измерение жесткости балок и мембран;
- построение зависимостей твердости и модуля упругости от глубины внедрения индентора;
- автоматизированное построение двумерных и трехмерных карт распределения твердости и модуля упругости по поверхности в поле до 100x100 мм;
- проведение измерений адгезии методом прилипания-скольжения;
- измерения в жидкой среде;
- дополнительный встраиваемый модуль для приложения нагрузки до 30 Н.

Технические характеристики:

Модуль индентирования имеет 4 основных рабочих режима (см. Таблицу 1).

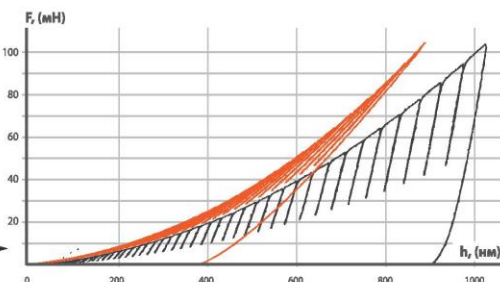
Рис. 1. График нагрузка-внедрение для многоциклового укалывания, красная кривая - плавленый кварц, черная - сталь.



Таблица 1. Рабочие режимы модуля индентирования

		диапазоны перемещения индентора			
		10 мкм (0,07 нм)	30 мкм (0,15 нм)	100 мкм (0,5 нм)	300 мкм (1,5 нм)
диапазоны прикладываемой нагрузки	30 мН (2 мкН)	Пленки и покрытия		Мягкие материалы	
	150 мН (3 мкН)				
	400 мН (4 мкН)	Твердые материалы		Микро-объекты Объемные материалы	
	1 Н (5 мкН)				

Данные о шумах по нагрузке приведены для индентора вне контакта с поверхностью, данная величина зависит от окружающего уровня шумов и виброизоляции. Данные о шумах по перемещению соответствующие контакту индентора с поверхностью образца, данная величина слабо зависит от уровня окружающих шумов.



ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ МОДУЛЬ: АТОМНО-СИЛОВОЙ МИКРОСКОП

Назначение:

Получение изображения рельефа поверхности. Измерение шероховатости, геометрии отпечатков и царапин. Построение карты механических свойств: упругих, вязких, адгезионных. Исследование магнитных, электрических неоднородностей. Литография: механическая, токовая.

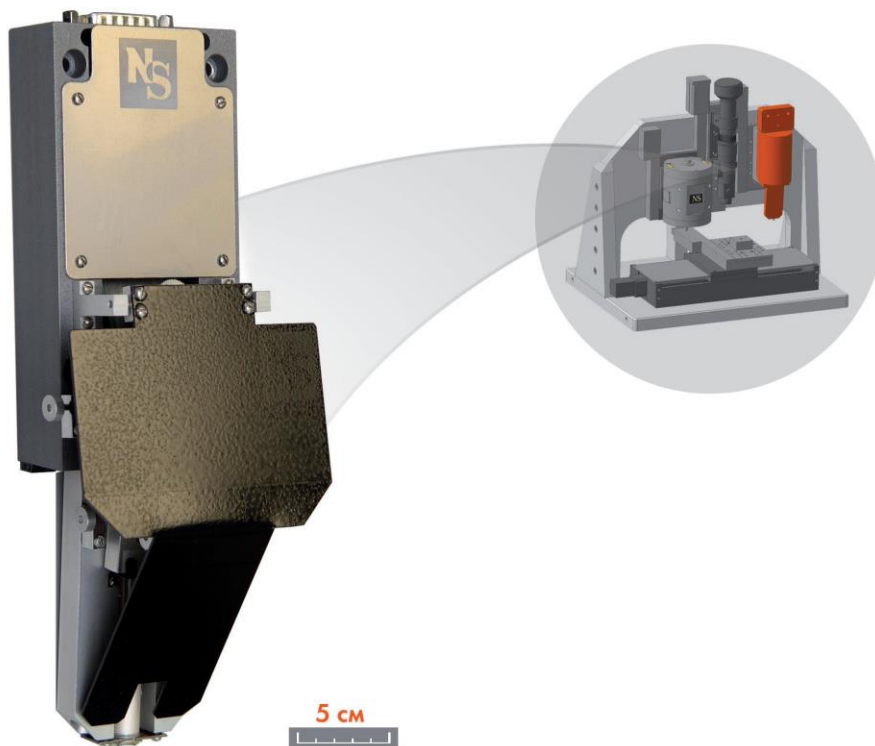
Режимы и методики:

- атомно-силовая контактная микроскопия (AFM);
- атомно-силовая микроскопия в режиме прерывистого контакта (VAFM);
- сканирующая туннельная микроскопия (STM);
- атомно-силовая микроскопия высоких магнитных полей образца (M-AFM);
- атомно-силовая микроскопия электропроводности и электрических потенциалов образца (EAFM);
- атомно-силовая микроскопия упругих свойств образца (FM-AFM);
- атомно-силовая микроскопия трения на поверхности образца (LF-AFM);

- атомно-силовая микроскопия вязкости образца (V-AFM);
- атомно-силовая микроскопия адгезионных свойств образца (AD-AFM);
- литография в режиме атомно-силовой микроскопии (AFM-LIT);
- измерение твердости по изображению восстановленного отпечатка;
- расчет расширенного набора параметров шероховатости по двумерным и трехмерным изображениям рельефа поверхности в соответствии с рекомендациями международных стандартов ISO 3274, ISO 4287, ISO 13565 и ISO 16610.

Технические характеристики:

- поле сканирования: XY 40x40 мкм, Z 3,5 мкм;
- цифровое разрешение: 0,04 нм;
- применяемые кантилеверы: контактные, полуконтактные, токопроводящие, магнитные.



ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ МОДУЛЬ: ОПТИЧЕСКИЙ МИКРОСКОП

Назначение:

Моновидеомикроскоп с трансфокатором предназначен для вывода увеличенного изображения различных объектов на экран монитора компьютера. Применяется для позиционирования рабочей области АСМ и индентора нанотвердомера, а также для измерения геометрических размеров микроэлементов на исследуемой поверхности: микрокристаллы металлов, зёрна порошковых композитов, токопроводящие дорожки микроплат, МЭМС и др.

Режимы и методики:

- измерение твёрдости по отпечатку или царапине;
- анализ трещиностойкости;
- анализ размера зёрен;
- построение функции распределения зёрен по размеру;
- измерение расстояний по видеоизображению;
- указание координат выполняемых измерений.

Технические характеристики:

- видимое цифровое увеличение: до 1500X;
- плавное изменение увеличения: 0,58x - 7x;

- поле зрения, мм: от 1,57 x 2,09 до 0,13 x 0,17;
- рабочее расстояние: 35 мм;
- цифровая окулярная USB камера.

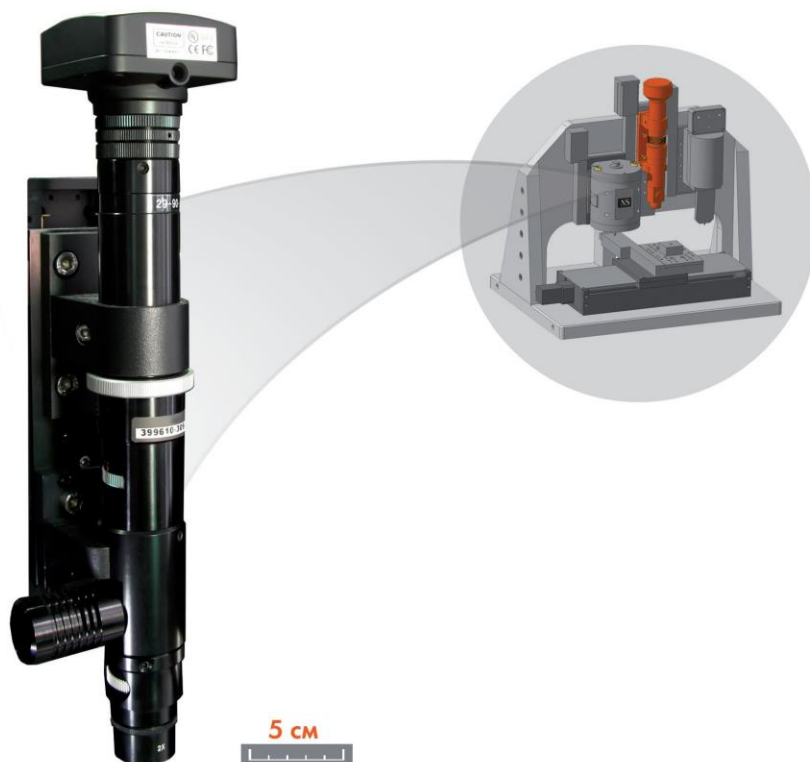
Широкий выбор вариантов освещения: бестеневое кольцевое, оптоволоконное, флуоресцентное, коаксиальное, светодиодное. Возможность установки комплекта поляризации.

Регулировка увеличения:

- ручная, с механизмом фиксации увеличения при его целочисленной кратности;
- моторизованное изменение увеличения.

Дополнительные функции:

- автоматическая фокусировка;
- автоматическое масштабирование поля видимости при изменении увеличения;
- коррекция эффектов неравномерной засветки.



УНИВЕРСАЛЬНЫЙ МОДУЛЬ НАНО-МЕХАНИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ

Назначение:

Данный модуль предназначен для комплексного исследования механических свойств в диапазоне нагрузок до 50 мН методами индентирования и склерометрии, а также для исследования рельефа поверхности в режиме полуконтактной сканирующей зондовой микроскопии.

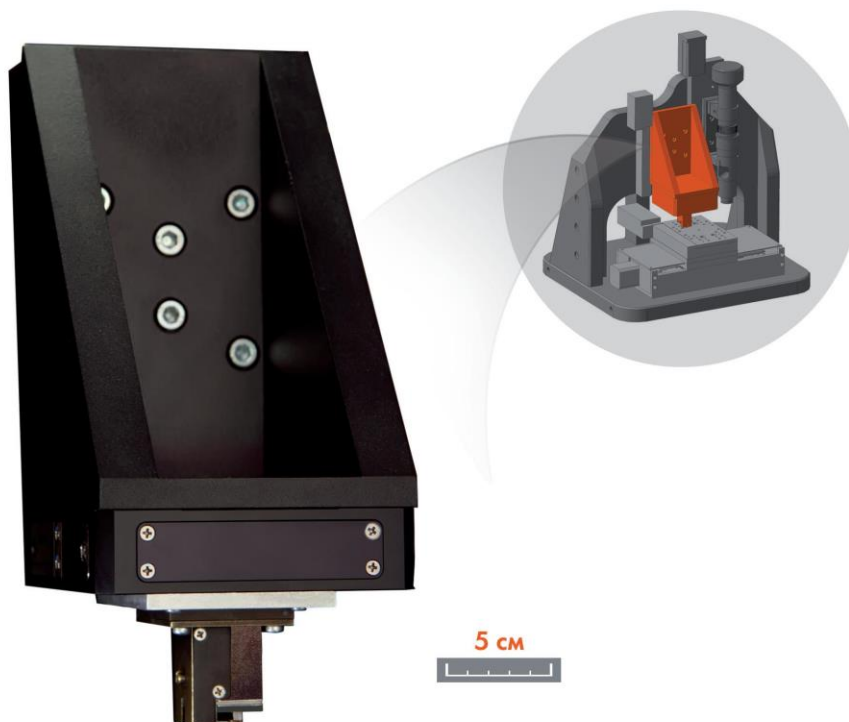
Режимы и методики:

- построение рельефа поверхности в контактном динамическом режиме сканирования;
- индентирование и царапание с заданной нагрузкой/на заданную глубину;
- измерение твердости методом склерометрии;
- измерение твердости по изображению восстановленного отпечатка;
- измерение механических свойств методом измерительного индентирования (в соответствии с ГОСТ Р 8.748-2011 и ISO 14577);

- измерение модуля упругости методом силовой спектроскопии;
- измерение механических свойств материалов и тонких пленок (твердость, адгезия, толщина пленок) методом склерометрии с переменной нагрузкой;
- измерение износостойкости тонких пленок;
- измерение профилограммы поверхности.

Технические характеристики:

- диапазон измерений по осям X и Y, не менее: 100 мкм;
- разрешение по XY: 2 нм;
- диапазон измерений по оси Z, не менее: 10 мкм;
- разрешение по Z: 0,2 нм;
- максимальная нагрузка на индентор: 50 мН;
- предельное разрешение по нагрузке: 0,5 мкН.



ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ МОДУЛЬ: 3-Х-КООРДИНАТНЫЙ ЛАЗЕРНЫЙ ГЕТЕРОДИННЫЙ ИНТЕРФЕРОМЕТР

Назначение:

Модуль интерферометра разработан как компактная встраиваемая система для измерений в реальном времени. Источником излучения служит одночастотный стабилизированный He-Ne-лазер мощностью 1 мВт (длина волны = 632,991084 нм, относительная не-стабильность оптической частоты за 8 час работы не более $3 \cdot 10^{-9}$).

Основное назначение - определение метрологических характеристик других сканирующих зондовых микроскопов, обеспечение достоверности измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне в различных технологических сферах, а также в задачах сертификации и контроля продукции наноиндустрии.

Режимы и методики:

- аппаратная и программная совместимость с универсальным измерительным модулем «НаноСкан-3D»;
- аппаратная и программная совместимость с модулем атомно-силового микроскопа «НаноСкан-4D»;
- построение рельефа поверхности путем сканирования в режимах сканирующей зондовой и атомно-силовой микроскопии.

Технические характеристики:

- предельный диапазон измерений по осям XYZ: 500 мкм;
- разрешение по всем трем осям (не хуже): 0,01 нм;
- уровень собственных шумов интерферометра, СКО в полосе частот от 1 Гц до 1 кГц (не более): 1 нм;
- неортогональность осей измерения перемещений: 0,01 радиана;
- диапазон измеряемых сдвигов фаз: $\pm 1 \times 10^4$ радиан;
- разрешение системы измерения сдвига фазы: 10⁻⁴ радиан;
- временное разрешение измерений: 1 мс;
- максимальная скорость сканирования: 100 мкм/сек;
- тепловыделение в рабочей области (не более) 5 Вт.



НАНОСКАН-3D КОМПАКТ

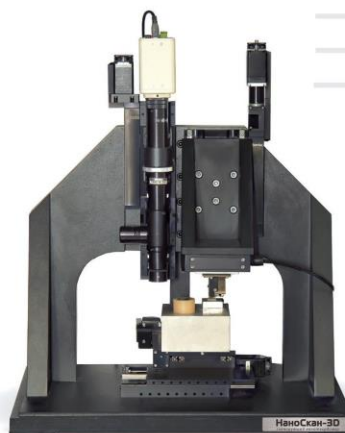
Настольный прибор для исследования рельефа и механических свойств небольших образцов комплексом методов сканирующей зондовой микроскопии, инструментального индентирования и склерометрии в диапазоне нагрузок до 50 мН. На основе данной модели разработан курс лабораторных и методических работ по изучению основ выполнения измерений физико-механических свойств на сумбикрометровом и нанометровом масштабе линейных размеров.



3D

НАНОСКАН-3D СТАНДАРТ

Прибор для комплексного исследования физико-механических свойств в диапазоне нагрузок до 50 мН. Прибор оснащен оптическим микроскопом и моторизованным предметным столиком для позиционирования объекта исследования. Высокая степень автоматизации измерений позволяет существенно повысить производительность исследований.



3D

НАНОСКАН-3Di

Метрологический сканирующий зондовый микроскоп, совмещенный с гетеродинным лазерным интерферометром. Данный измерительный комплекс предназначен для использования в качестве рабочего эталона для измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне, что позволяет обеспечивать прослеживаемость измерений линейных размеров наноструктур методами сканирующей зондовой микроскопии. Основное назначение - определение метрологических характеристик других сканирующих зондовых микроскопов и обеспечение достоверности измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне в различных технологических сферах, а также в задачах сертификации и контроля продукции наноиндустрии.



3D

4D



НАНОСКАН-4D КОМПАКТ

Настольный прибор для экспресс-диагностики твердости и модуля упругости (Юнга) материалов методом инструментального индентирования в диапазоне нагрузок до 2 Н. Данная модель идеально подходит для обучения основам выполнения измерений механических свойств. На основе данной модели разработан курс лабораторных работ, адаптируемый под 8-12 академических часов.

4D



НАНОСКАН-4D СТАНДАРТ

Базовая модель прибора, реализующая основные методики измерения твердости, модуля упругости (Юнга) и ряда других механических параметров. В приборе реализованы методы статического индентирования, динамического индентирования и царапания. Возможно измерение рельефа поверхности в режиме контактного или полуконтактного профилометра. Наличие оптического микроскопа обеспечивает высокую точность взаимного позиционирования индентора и объекта исследований. Для данной модели доступны дополнительные узлы и датчики, перечисленные на стр. 14.

4D



НАНОСКАН-4D⁺

Полнофункциональная измерительная система, реализующая все возможные методы исследования физико-механических свойств. Наличие модуля атомно-силового микроскопа позволяет исследовать с нанометровым пространственным разрешением рельеф поверхности, а также остаточные отпечатки после выполнения измерений механических свойств. В приборе реализованы автоматизированные процедуры выполнения серий экспериментов, а также возможности пакетной обработки большого объема экспериментальных данных.

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ УЗЛЫ И ДАТЧИКИ

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЕ УЗЛЫ И ДАТЧИКИ

Для расширения функциональных возможностей измерительной системы, а также максимальной адаптации прибора под задачи пользователей, в нанотвердомерах семейства «НаноСкан» предусмотрено большое количество дополнительных узлов и модулей.

Окончательная комплектация измерительных узлов подбирается в зависимости от набора решаемых исследовательских задач.

Возможна разработка специальных держателей или узлов для решения нестандартных исследовательских задач, переоснащение имеющихся приборов «НаноСкан», установка дополнительных датчиков и оборудования сторонних производителей.

ДАТЧИК БОКОВОЙ НАГРУЗКИ:

- измерение боковой нагрузки при царапании и многоцикловом истирании;
- определение коэффициента трения в процессе трибологических испытаний.

УЗЕЛ IN-SITU СКАНИРОВАНИЯ:

- режим сканирующей зондовой микроскопии для визуализации рельефа поверхности алмазным наконечником.

НАГРЕВАТЕЛЬНЫЙ СТОЛИК:

- максимальная температура нагрева 400 °С;
- максимальная скорость нагрева: 1 °С в секунду;
- стабильность температуры 0,1 °С;
- максимальный размер образца (ШхГхВ): 25 x 25 x 10 мм.

МОДУЛЬ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ СВОЙСТВ:

- измерение ВАХ и тока растекания в процессе механических испытаний.

СПЕЦИАЛЬНЫЕ ДЕРЖАТЕЛИ ОБРАЗЦОВ:

- тиски;
- зажимы;
- подложки;
- вакуумные присоски.

ПОВОРОТНЫЙ СТОЛИК:

- исследование анизотропии механических свойств;
- расширенные возможности позиционирования образцов.

ИНДЕНТОРЫ И СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

ИНДЕНТОРЫ:

- наконечники из высокочистого и легированного синтетического монокристалла алмаза;
- трехгранная пирамида типа Берковича;
- четырехгранная пирамида типа Кнупа;
- четырехгранная пирамида типа Виккерса;
- плоский штамп заданного диаметра от 100 мкм до 2 мм;
- сферический наконечник заданного радиуса.

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ:

Стандартный образец (предприятия) - СОП - изготовлен из известного материала, поверхность которого подготовлена по специальной методике. СОП предназначены для калибровки нанотвердомеров семейства «НаноСкан» и проходят аттестацию в соответствии с порядком, установленным в ФГБНУ ТИСНУМ. К каждому стандартному образцу прилагается паспорт СОП, содержащий нормированные метрологические характеристики, порядок применения, условия транспортировки и хранения.

«Поликарбонат»

Приписанные характеристики:

- твердость: $0,3 \pm 0,1$ ГПа;
- модуль упругости (Юнга): $4,5 \pm 0,5$ ГПа;
- шероховатость: < 5 нм;
- габаритные размеры: 10 x 10 x 7 мм;
- подготовка поверхности: —.

«Алюминий»

Приписанные характеристики:

- твердость: $0,5 \pm 0,1$ ГПа;
- модуль упругости (Юнга): $70,0 \pm 7,0$ ГПа;
- шероховатость: < 5 нм;
- габаритные размеры: 10 x 10 x 8 мм;
- подготовка поверхности: полировка, съем наклепанного слоя методом электролитического травления.

«Плавленный кварц»

Приписанные характеристики:

- твердость: $9,5 \pm 1,0$ ГПа;
- модуль упругости (Юнга): $72,0 \pm 3,0$ ГПа;
- шероховатость: < 5 нм;
- габаритные размеры: 7 x 10 x 4 мм;
- подготовка поверхности: глубокая шлифовка-полировка.

«Сапфир»

Приписанные характеристики:

- твердость: $22,5 \pm 2,5$ ГПа;
- модуль упругости (Юнга): $415,0 \pm 35,0$ ГПа;
- шероховатость: < 5 нм;
- габаритные размеры: $\varnothing 18 \times 4$ мм;
- подготовка поверхности: эпи-полировка.

СЕРВИС ИЗМЕРЕНИЯ НА ЗАКАЗ АДАПТАЦИЯ / МОДЕРНИЗАЦИЯ ОБОРУДОВАНИЯ

СЕРВИС

ФГБНУ ТИСНУМ обеспечивает полный цикл сервисного и технического сопровождения поставляемых приборов:

- монтаж и пуско-наладочные работы, ввод оборудования в эксплуатацию;
- обучение персонала работе с оборудованием;
- гарантийное обслуживание оборудования в течение всего гарантийного срока. На все поставляемые нами приборы, распространяется гарантия, сроком не менее 12 месяцев. Любые работы по устранению неисправностей и замене запчастей, подлежащих гарантии, производятся бесплатно;
- постгарантийное обслуживание и ремонт оборудования;
- поставка запасных частей и расходных материалов.

Дополнительная услуга для наших клиентов – ежедневная бесплатная телефонная поддержка в рабочее время. Специалисты службы сервиса готовы ответить на Ваш звонок и дать консультацию по возникшим техническим вопросам.

АДАПТАЦИЯ / МОДЕРНИЗАЦИЯ ОБОРУДОВАНИЯ

Мы предлагаем услуги по переоснащению имеющегося оборудования, установке дополнительного оборудования, замене программного обеспечения.

На нашем сайте вы можете ознакомиться с последними разработанными методами и режимами работы приборов, новыми алгоритмами измерений и протоколами испытаний образцов.

Для того, чтобы интересующая Вас методика или режим были доступны на Вашем приборе, свяжитесь с нами и мы предложим оптимальные варианты её реализации.

При необходимости, разрабатываемые нами методики (методы) измерений проходят метрологическую аттестацию для последующего внесения в Государственный реестр методик измерений, что позволяет в дальнейшем использовать их для исследований в сфере государственного метрологического надзора и выполнения ответственных измерений с известной погрешностью.

ИЗМЕРЕНИЯ НА ЗАКАЗ

Посетив лаборатории ФГБНУ ТИСНУМ, Вы можете ознакомиться с приборами серии «НаноСкан», более подробно узнать об их возможностях и технических характеристиках. Наша постоянная практика – это проведение демонстрационных исследований на образцах заказчика. По результатам таких исследований Вы можете понять насколько выбранная Вами конфигурация «НаноСкан» подходит для решения Ваших задач и соответствует Вашим ожиданиям. Мы искренне заботимся о том, чтобы приборы семейства «НаноСкан» решали поставленные задачи наиболее оптимально подобранным комплексом методов.

Кроме того, мы принимаем заказы на разовые и периодические измерения, выполнение научно-исследовательских и опытно-конструкторских работ.



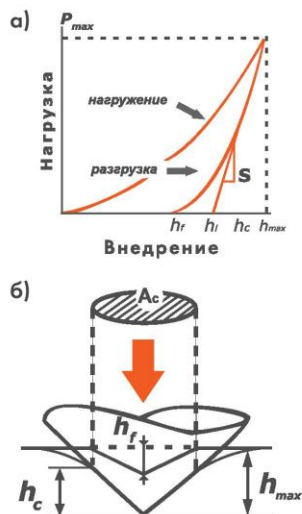


Рис. 2. Общий вид кривой нагружения (а) и схема контакта индентора с поверхностью (б) с обозначениями величин, используемых в методике расчета модуля упругости и твердости

ИЗМЕРЕНИЕ ТВЕРДОСТИ И МОДУЛЯ УПРУГОСТИ МЕТОДОМ ИНСТРУМЕНТАЛЬНОГО НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ

На базе «НаноСкан» реализован метод определения твердости, основанный на измерении и анализе зависимости нагрузки при вдавливании индентора в поверхность материала от глубины внедрения индентора. Данный метод лежит в основе стандарта на измерение твердости ГОСТ Р 8.748-2011 и ISO 14577. Типичная для этого метода экспериментальная кривая в виде графика зависимости нагрузки (P) от глубины вдавливания (h) представлена на Рис. 2. Она состоит из двух частей, соответствующих процессам нагружения и разгрузки.

В рамках данного метода твердость H образца определяется отношением максимальной нагрузки P_{max} , приложенной в процессе нагружения, к площади проекции контакта A_c . Значение приведенного модуля упругости обратно пропорционально $\sqrt{A_c}$. Несимметричность индентора учитывается с помощью параметра. Жесткость контакта S определяется по углу наклона касательной к кривой разгрузки в точке P_{max} , а площадь контакта при максимальной нагрузке A_c определяется геометрией индентора и глубиной контакта h_c и описывается так называемой функцией формы индентора $A_c = f(h_c)$.

$$H = \frac{P_{max}}{A_c}$$

$$E_r = \frac{1}{\beta} \cdot \frac{\sqrt{\pi}}{2} \cdot \frac{S}{\sqrt{A_c}}$$

$$S = \left(\frac{dP}{dh} \right)_{P=P_{max}}$$

Золотникова Г.С., Соловьев В.В., Гоголинский К.В., Усенов А.С. Исследование влияния различных источников на суммарную погрешность измерения твердости методом измерительного наноиндентирования // Измерительная техника – 2013 - №2, С.32

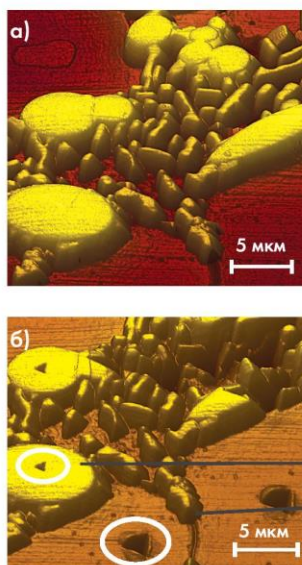


Рис. 3. Алюминиевый сплав D16. До индентирования (а); после индентирования (б); кривые нагружения-вдавливания для фаз с разными свойствами (в)

ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ МНОГОФАЗНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Исследование свойств многофазных материалов подразумевает точное позиционирование индентора в заданных областях поверхности, соответствующих отдельным составляющим компонентам. Сканирующие нанотвердомеры «НаноСкан» объединяют в себе функции сканирующего зондового микроскопа и твердомера.

Возможности прибора позволяют сначала получить трехмерное изображение рельефа поверхности многофазного образца и затем с привязкой к полученному изображению точно указать места измерений.

Точность позиционирования индентора относительно поверхности при измерении составляет порядка 10 нм в плоскости XY.

Пример - образец алюминиевого сплава D16 (Рис. 3). Изображения рельефа одного и того же участка поверхности образца до и после серии измерений.

Усенов С.С., Соловьев В.В., Гоголинский К.В., Усенов А.С., Львова Н.А. Измерение механических свойств материалов с нанометровым пространственным разрешением // Наноиндустрия - №2 - 2010 - с. 30-35

ТОМОГРАФИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

В традиционном методе индентирования (ГОСТ Р 8.748-2011 и ISO 14577) определяются механические свойства материала в одной области на одной глубине. В приборах серии «НаноСкан» реализован метод многоциклового нагружения с частичной разгрузкой (partial unload technique), позволяющий измерить механические свойства на разных глубинах за одно вдавливание индентора в поверхность образца. В данном методе разгрузка производится до определенной доли от величины максимального нагружения, на каждом следующем цикле происходит повторное нагружение на большую величину. В приборах серии «НаноСкан» реализован метод построения томограммы твердости и модуля упругости приповерхностного слоя образца. Метод основан на сочетании двух методов: метода многоциклового нагружения и метода картирования (нанесение серии индентов в квадратной сетке), что позволяет получить распределение механических свойств материала в объеме (томограмму, см. Рис. 4). Также возможно построение томограмм с использованием метода динамического измерения жесткости. Томограмма может быть построена по поверхности образца размером до 10 см и на глубину до 200 мкм. Разрешение прибора позволяет начинать измерение механических свойств с глубин в несколько десятков нанометров. Пространственное разрешение определяется размером пластических отпечатков остающихся после испытания нагружением и составляет порядка десятков микрон.

Усенов А.С., Кравчук К.С., Масленников И.И., Получение томограммы механических свойств методами наноиндентирования // Нанотехнология – 2014 - №1, С. 34-38

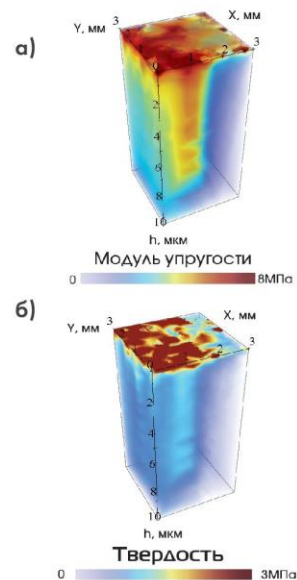


Рис. 4. Томограмма модуля упругости (а); томограмма твердости (б).

ИЗМЕРЕНИЕ ТВЕРДОСТИ ПО ИЗОБРАЖЕНИЮ ОСТАТОЧНОГО ОТПЕЧАТКА

Сканирующие нанотвердомеры «НаноСкан» позволяют проводить испытания на твердость по методу восстановленного отпечатка (ГОСТ 9450-76). В отличие от классических микротвердомеров, измерение размеров отпечатка производится в режиме полуконтактной сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ). Нанесение отпечатка и получение его трехмерного изображения осуществляются одним и тем же зондовым датчиком в рамках единой измерительной процедуры. В качестве наконечника применяется алмазный индентор в форме трехгранной пирамиды Берковича с углом раствора 142° и радиусом закругления острия ~ 50 нм. Твердость по методу восстановленного отпечатка рассчитывается как отношение максимальной приложенной к индентору нагрузки к площади проекции восстановленного отпечатка, измеренной по его изображению:

$$H = \frac{P_{\max}}{A_{\text{проекция отпечатка}}}$$

При образовании по периметру восстановленного отпечатка пластических навалов трехмерное изображение отпечатка позволяет определить их площадь и учесть при вычислении значений твердости. Для автоматизированного измерения площади отпечатка с учетом навалов реализован специальный программный модуль (Рис. 5).

Усенов А.С., Радзинский С.А., Кравчук К.С., Золкина И.Ю., Андреева Т.И., Симонов-Емельянов И.Д. Физико-механические свойства силиконового покрытия на полимерных подложках // Пластические массы – №4 – 2012 – С. 14

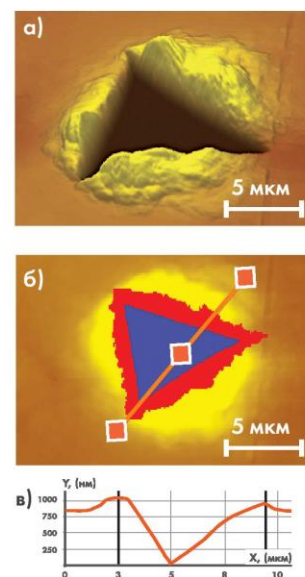
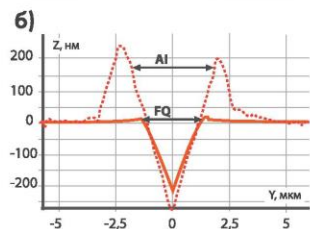
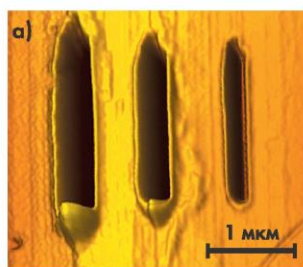


Рис. 5. Отпечаток на поверхности титана (99%) (а); результат обработки программным модулем (б); профиль отпечатка (в)



Калибровка:

$$H_{ref} = k \frac{P_1}{b_1^2} \Rightarrow k = \frac{H_{ref} b_1^2}{P_1}$$

Измерение: $H_2 = k \frac{P_2}{b_2^2}$

Рис. 6. Примеры поперечного профиля царапины для плавленого кварца (сплошная линия) и алюминия (пунктирная линия). Стрелками обозначена ширина области контакта индентора с материалом в процессе царапания.

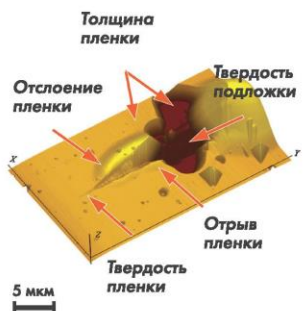


Рис. 7. Царапина с линейным увеличением нагрузки на поверхности алмазоподобной пленки, нанесенной на кремниевую подложку.

ИЗМЕРЕНИЕ ТВЕРДОСТИ ЦАРАПАНИЕМ

Измерение твердости методом склерометрии с помощью «НаноСкан» заключается в нанесении царапин на поверхность материала и регистрации траектории перемещения индентора в зависимости от приложенной к индентору нагрузки (диаграммы). Полученные царапины впоследствии могут быть отсканированы в режиме АСМ/СЗМ. Для выполнения данных измерений форма наконечника предварительно калибруется путем нанесения царапин на стандартном образце твердости при различных величинах нагрузок. Значение твердости образца рассчитывается по соотношению нагрузок и ширины полученных царапин на исследуемом и стандартном образцах. По измеренной диаграмме царапания также может быть определена степень упругого восстановления материала в нормальном или латеральном направлении. Получаемые данным методом значения коррелируют с другими методами измерения твердости (см. Таблицу 2).

Изображение остаточной канавки царапания позволяет проводить анализ пластических навалов по периметру отпечатка. Методика склерометрии позволяет учитывать влияние размера и формы пластических навалов на расчетное значение твердости.

Таблица 2. Сравнение методов измерения твердости

Материал	P, мН нормальная нагрузка	R _{ху} ^{ср} , % степень упругого восстановления ширины царапины	R _г ^{ср} , % степень упругого восстановления глубины царапины	R _г ^{ни} , % степень упругого восстановления глубины при индентировании	H _{ср} ^{ср} , ГПа твердость по методу склерометрии	H _{ни} ^{ни} , ГПа твердость по методу инструментального индентирования
Fused Quartz	20	15	47	46	Ref	10,1
Glass	20	16	49	44	9,7	9,3
Bi ₂ Te ₃	7,6	13	23	30	2,6	2,8
Ni	15	10	15	13	4,7	4,8
Al	1,7	1	3,2	4,2	0,5	0,6

Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine – vol.92, issue 25-27 – 2012 – pp. 3188-3198

ИЗМЕРЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МАТЕРИАЛОВ И ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ СКЛЕРОМЕТРИИ С ПЕРЕМЕННОЙ НАГРУЗКОЙ

Тонкие пленки активно применяются в качестве защитных и износостойких покрытий для широкого спектра объектов. Корректное измерение механических свойств таких пленок без влияния подложки является актуальной задачей в современных системах контроля качества изделий. Приборы серии «НаноСкан» позволяют проводить измерения твердости пленок различными методами для широкого диапазона толщин. Наиболее распространенным методом измерения физико-механических свойств тонких пленок сегодня является метод измерительного индентирования. Однако существует ряд факторов, приводящих к методическим ошибкам для данного метода измерений. Наиболее критичными из них являются шероховатость поверхности, остаточные напряжения и так называемый «эффект подложки», заключающийся в том, что для системы пленка-подложка регистрируемый отклик материала при измерении зависит как от свойств пленки, так и от свойств подложки. Метод склерометрии (нанесение и анализ царапин) имеет ряд преимуществ перед методами вдавливания при измерении твердости пленок на наномасштабе. Непосредственное наблюдение остаточного следа царапины методом СЗМ позволяет минимизировать влияния преобладающей упругой деформации, характерной для методов индентирования. Царапание с переменной нагрузкой (Рис. 7) дает возможность измерить сразу несколько параметров пленки в рамках одной измерительной процедуры: область упругого взаимодействия, пороговую нагрузку, при которой начинается пластическая деформация (появляется видимый след на поверхности), отслоение пленки.

Useinov A.C., Useinov S.C. Измерение механических свойств методом царапания // Наноиндустрия - №6 – 2010 – С.28-32

ИЗМЕРЕНИЕ МОДУЛЯ УПРУГОСТИ МЕТОДОМ СИЛОВОЙ СПЕКТРОСКОПИИ

На базе «НаноСкан» разработан метод для измерения абсолютного значения модуля упругости материалов. Методика измерения заключается в том, что зондовый датчик, колеблющийся в направлении нормали к поверхности образца с амплитудой менее 10 нм и частотой ~10 кГц, вводится в контакт с поверхностью. В результате взаимодействия наконечника с материалом частота колебаний зонда возрастает по мере прижима к поверхности.

В соответствии с математическим описанием на основе модели Герца, угол наклона квадрата сдвига резонансной частоты колебаний от глубины внедрения (кривой подвода) пропорционален модулю упругости исследуемого материала.

Перед измерениями производится калибровка на стандартных образцах с известными значениями модуля упругости. Значение модуля упругости определяется по соотношению углов наклона кривых подвода для исследуемого и стандартных образцов (Рис. 8). Данный метод является неразрушающим и позволяет проводить корректные измерения модуля упругости материалов в приповерхностном слое толщиной менее 100 нм. В частности, возможно измерять модуль упругости тонких пленок без привнесения влияния подложки. Сравнительные измерения, проведенные на различных материалах, подтверждают возможность корректного применения описанного метода в широком диапазоне значений модуля упругости.

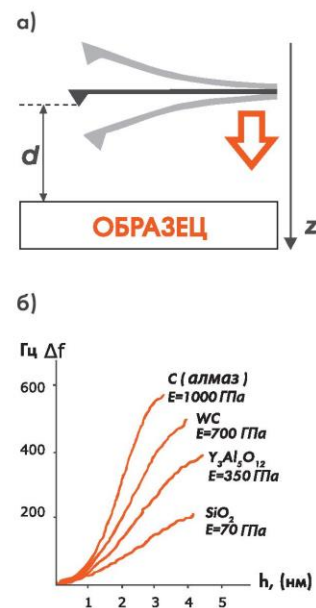


Рис. 8. Схема измерения «кривой подвода» (а); наклон результирующей кривой Δf характеризует модуль упругости образца (б).

ИЗМЕРЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ

В сканирующем нанотвердомере «НаноСкан» реализован метод измерения износостойкости тонких пленок и покрытий.

Метод основан на движении индентора по заданной траектории в контакте с поверхностью при поддержании постоянной нормальной силы прижима и записи смещения индентора на каждом цикле. Вследствие износа материала индентор будет постепенно углубляться в поверхность. Через некоторое время материал покрытия разрушается и индентор начинает взаимодействовать с подложкой, что наблюдается в виде резкого изменения наклона диаграммы истирания.

Для измерения могут использоваться стандартные трехгранные наконечники, применяемые для индентирования. В этом случае осуществляется движение индентора «по квадрату», что позволяет учесть асимметрию формы индентора в разных направлениях (Рис. 9а). Возможно также использование сферических наконечников из различных материалов. В этом случае в процессе испытания реализуется возвратно-поступательное движение индентора (Рис. 9б).

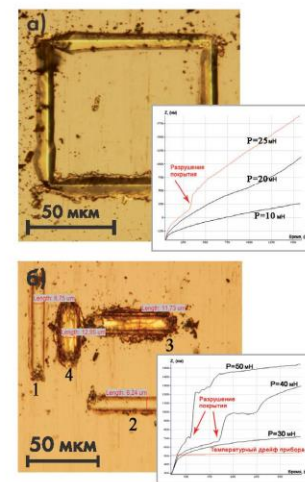


Рис. 9. Испытания «по квадрату» пирамидальным алмазным индентором (а) и результат измерения износа с помощью сферического сапфирового индентора (б). На графиках ось абсцисс Т – время испытания в секундах, ось ординат Z – среднее углубление индентора в поверхность материала.

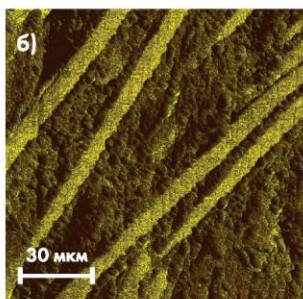
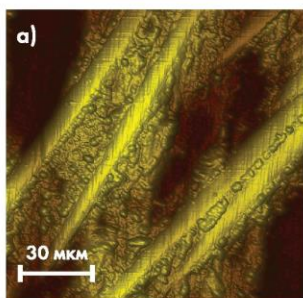


Рис. 10. Углеволокнистый композиционный материал. Рельеф поверхности (а); карта модуля упругости (б)

СКАНИРОВАНИЕ РЕЛЬЕФА ПОВЕРХНОСТИ ОДНОВРЕМЕННО С ПОСТРОЕНИЕМ КАРТ РАСПРЕДЕЛЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ НЕОДНОРОДНОСТЕЙ

Сканирующий нанотвердомер «НаноСкан» позволяет получать трехмерные изображения рельефа поверхности методом сканирующей зондовой микроскопии. Сканирование производится в полуконтактном режиме алмазным наконечником, закрепленным на пьезокерамическом зонде. Колебательный режим работы зонда позволяет получать кроме изображения рельефа дополнительную информацию о структуре и механических свойствах исследуемых образцов.

Получаемое изображение представляет собой карту распределения вязкоупругих свойств по поверхности. Фактическое разрешение, достигаемое при сканировании, ограничивается размером пятна контакта наконечника с поверхностью, характерным для сканирующих силовых микроскопов, работающих на воздухе, и составляет порядка 10 нм в плоскости XY и не хуже 1 нм по оси Z.

Пример изображения рельефа и соответствующей карты распределения модуля упругости приведен на Рис. 10.

Усвинов А.С., Кравчук К.С., Квинфист А.М. Исследование механических свойств углеродных композиционных материалов // Нанотехнология - №6 - 2011 - С.24-26

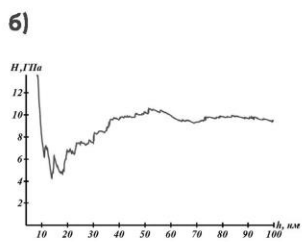
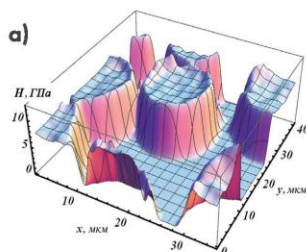


Рис. 11. Карта твердости стекловолокна в эпоксидной матрице (а); зависимость измеренного значения твердости плавного кварца от глубины индентирования (б)

ДИНАМИЧЕСКОЕ ИЗМЕРЕНИЕ ТВЕРДОСТИ

В приборах семейства «НаноСкан» реализован метод динамического измерения твердости, основанный на совместной обработке осциллирующего колебательного движения индентора с информацией о его внедрении в поверхность образца. Данный метод в существенно меньшей степени подвержен влиянию неровностей поверхности по сравнению с методами квазистатического вдавливания, однако требует априорной информации о значении модуля упругости. Конечная зависимость, позволяющая производить расчет такого отношения по экспериментальным данным, выглядит следующим образом:

$$\frac{H}{E^2} = \frac{F}{\pi} \left(\frac{f_0}{\Delta f} \cdot \frac{1}{k} \right)^2$$

Здесь F и Δf – измеряемые во время сканирования сила и сдвиг резонансной частоты колебаний, f_0 и k – резонансная частота свободных колебаний датчика и его динамическая жесткость. Два последних параметра определяются в процессе калибровки каждого датчика и считаются постоянными в процессе дальнейшей работы. Используя данное выражение можно построить зависимость H/E^2 , (и соответственно, H или E , если хотя бы одна из этих величин известна) как функцию глубины или координат поверхности. Ниже приведены примеры измерения карты твердости для стекловолокна в эпоксидной матрице (Рис. 11а) и зависимости твердости от глубины для плавного кварца (Рис. 11б). В обоих случаях значения модуля упругости были известны из других источников.

Масленников И.И., Решетов В.Н., Логинов Б.А., Усвинов А.С. Картографирование механических свойств наноструктурированных материалов с помощью пьезорезонансного зонда // Приборы и техника эксперимента – 2015 - № 3 – С. 125-131

ИЗМЕРЕНИЕ ПРОФИЛОГРАММЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОВЕРХНОСТИ НА ЛИНЕЙНОЙ БАЗЕ ДО 15 ММ

а)



В режиме профилографа сканирующие нанотвердомеры «НаноСкан» позволяют измерять профиль поверхности на линейной базе до 15 мм. Перепад высот рельефа поверхности, доступный для измерений, составляет до 3 мм. Предельное разрешение профилограммы по горизонтали – 100 нм, по вертикали – 10 нм. Профилограмма поверхности измеряется в полуконтактном режиме работы зондового датчика прибора.

Области применения:

- оперативный контроль шероховатости поверхности изделий;
- контроль формы сложных поверхностей;
- поиск и позиционирование объектов малых размеров;
- определение плоскостности и плоскопараллельности пластин.

б)

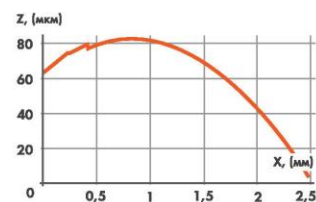


Рис. 12. Фотография втулки (а) и соответствующая профилограмма цилиндрической поверхности (б)

Золкина И.Ю., Радзинский С.А., Америк В.В., Андреева Т.И., Сионов-Емельянов И.Д., Алексимов Н.В., Усвинов А.С., Кравчук К.С. Исследование влияния нанонаполнителей на обрабатываемость и оптические характеристики поликарбоната // Пластические массы – 2012 - №6, С.51-55

МЕХАНИЧЕСКАЯ НАНОЛИТОГРАФИЯ

Приборы серии «НаноСкан» предоставляют широкие возможности для прецизионной механической обработки и нанолитографии. Использование алмазных наконечников позволяет резать практически любой из известных материалов. Контролируя усилие прижима в процессе резания с разрешением от 10 мкН, можно устойчиво получать царапины шириной от 100 нм и глубиной в несколько нанометров (Рис. 13). При этом максимальная глубина царапины может достигать несколько микрометров.

За счет использования прецизионных пьезокерамических нанопозиционеров и механических линейных трансляторов точность позиционирования алмазного наконечника достигает 10 нм в поле 100 x 100 мкм и около 1 мкм в поле 100 x 100 мм.

Результат обработки поверхности может быть проконтролирован тем же алмазным наконечником путем сканирования в режиме зондового микроскопа или с помощью цифрового оптического микроскопа.

Режим механической нанолитографии может использоваться для создания регулярных структур на поверхности (Рис. 13б), удаления окисных пленок, освобождения от покрытий в заданных областях (Рис. 13а), корректировки геометрии элементов микроэлектроники, а также микроэлектромеханических систем (МЭМС).

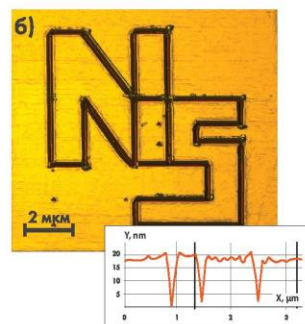
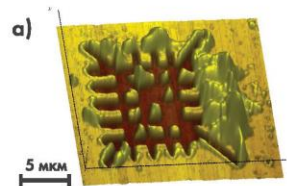
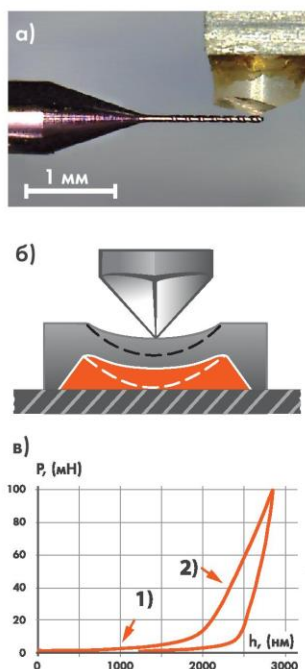


Рис. 13. Удаление пленки золота на алмазной подложке (а); надпись, полученная царапанием поверхности плавленого кварца; профиль царапин (б)

Волгина А.А., Кравчук К.С., Русаков А.А., Усвинов А.С. Применение алмазных наконечников с малым углом заострения для исследования механических свойств и рельефа поверхности // Известия ВУЗов. Химия и химическая технология – 2014 – т. 57, № 12 – С. 100-102



ИЗМЕРЕНИЕ ЖЕСТКОСТИ МИКРОМЕХАНИЧЕСКИХ КОНСТРУКЦИЙ

Для контроля жесткости микроинструмента (Рис. 14а), а также балок и мембран в составе МЭМС и НЭМС на сканирующем нанотвердомере «НаноСкан» используется режим измерения зависимостей нагружения – перемещения, аналогичный методу измерительного индентирования (см. стр.16). Реализован также режим многократного нагружения объекта индентором. В результате такого испытания возможно определить жесткость (податливость) мембраны или балки, максимальный прогиб мембраны, число циклов нагружения до разрушения.

Схема измерения свойств мембраны приведена на Рис.14 б,в.

Для точного позиционирования места нагружения в «НаноСкан» применяется цифровой оптический микроскоп высокого разрешения, а также режим предварительного сканирования поверхности объекта перед измерениями.

Области применения: микроинструмент, МЭМС, НЭМС.

Рис. 14. Измерение жесткости микросверла (а). Схема измерения свойств мембраны (б). Кривая нагружения/разгрузки (в): 1 - жесткость и прогиб мембраны; 2 - упругие деформации мембраны в подложку.

Башков В.М., Беляева А.О., Миронов Ю.М., Токарев Д.А., Михайлов С.Н., Усвинов А.С. Исследование химического состава и механических свойств алмазоподобных покрытий, полученных с использованием электродуговых методов физического осаждения из паровой фазы // Нанотехнологии - №6 - 2011 - с.39

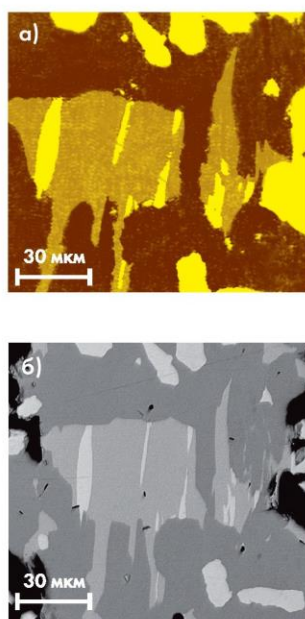


Рис. 15. Микроструктура поверхности металлического сплава Al Cu Co. Карта проводимости (а); изображение в электронном микроскопе (б).

ИЗМЕРЕНИЕ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ПОВЕРХНОСТИ

Применение инденторов из легированного бором токопроводящего алмаза позволило реализовать измерение сопротивления растекания в режимах сканирования, индентирования и измерения кривых подвода, а также измерения ВАХ области контакта при заданных значениях прижима или глубины внедрения индентора в поверхность. Построение карты распределения проводимости производится путем сканирования образца при подаче постоянного напряжения между образцом и индентором. Измерение тока растекания в разных точках поверхности позволяет выявить различия в проводимости и геометрическую форму поверхностных структур или включений в образце. На Рис.15а приведена карта проводимости сплава Al Cu Co, содержащего квазикристаллическую фазу. Участки различной яркости на карте проводимости соответствуют различным кристаллическим структурам данного сплава. На Рис.15б представлено изображение того же участка поверхности, полученное в электронном микроскопе.

Измерение тока в процессе индентирования позволяет исследовать неоднородность материала по глубине, контролировать толщину покрытий, а также изучать фазовые переходы под давлением в полупроводниках. Совместная обработка данных о силе прижима и силе тока растекания в зависимости от глубины индентирования позволяет определить удельное сопротивление исследуемого материала. Измерения вольтамперных характеристик (ВАХ) происходят в режиме жесткого контакта с поверхностью исследуемого вещества, при силах прижима в диапазоне от 0.1 до 100 мН. Диапазон прикладываемых напряжений составляет ± 10 В, измеряемых токов ± 30 мкА, разрешение по току не хуже 10 пА.

Прокудин С.В., Усвинов А.С. Наблюдение особенностей фазовых переходов в кремнии при высоком локальном давлении в условиях индентирования // Известия ВУЗов. Материалы микроэлектронной техники - №1 - 2012 - С.17

ИЗМЕРЕНИЕ ТРЕЩИНОСТОЙКОСТИ

Как правило, в качестве меры сопротивления хрупкому разрушению используется критический коэффициент интенсивности напряжения K_{IC} – «вязкость разрушения» или трещиностойкость (fracture toughness). Вязкость разрушения – один из важнейших параметров покрытия, определяющий его износостойкость. Распространённый способ изучения хрупкости – разрушение материала при вдавливании твёрдого наконечника, способное вызвать появление трещин нескольких разновидностей. Трещиностойкость материала можно определить также и при царапании. В этом случае значение K_{IC} связывают с пороговой шириной царапины, при достижении которой разрушение материала меняется с пластического на хрупкое. Известно свыше 30 формул, связывающих K_{IC} с нагрузкой и длиной образующихся трещин. Наиболее активно развиваются методы определения K_{IC} тонких покрытий, во многом вследствие сложности происходящих в системе пленка-подложка процессов. Так, при вдавливании индентора на небольшую глубину образуются радиальные или полудисковые (полупенсовые) трещины вдоль ребер индентора. При увеличении нагрузки покрытие отслаивается от подложки, и образуются канальные трещины, приводящие к разрушению подложки с её отрывом, а также кольцевые трещины, сопровождающие процесс отрыва пленки от подложки.

В приборах семейства «НаноСкан» реализовано несколько методов измерения трещиностойкости тонких пленок и покрытий, основанных на процедурах царапания и инструментального индентирования.

Усенинов А., Кравчук К., Масленников И. Индентирование. Измерение твердости и трещиностойкости покрытий // Наноиндустрия – 2013 - №7, с.48-56

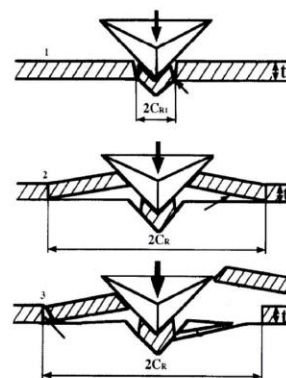


Рис. 16. Схема разрушения покрытия при образовании трещин

МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ ЛИНЕЙНЫХ РАЗМЕРОВ В НАНОМЕТРОВОМ ДИАПАЗОНЕ

Определение метрологических характеристик сканирующих зондовых микроскопов, калибровка линейных мер и обеспечение достоверности измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне является ключевым вопросом при использовании такого оборудования для технологических применений, сертификации и контроля продукции наноиндустрии. В ФГБНУ ТИСЧУМ совместно с НИЯУ МИФИ создан метрологический зондовый микроскоп «НаноСкан-3Di» с интегрированным трехкоординатным лазерным гетеродинным интерферометром. Интерферометр разработан как компактная встраиваемая система для измерений в реальном времени. Источником излучения служит одночастотный стабилизированный He-Ne лазер мощностью 1 мВт (длина волны = 632,991084 нм, относительная нестабильность оптической частоты за 8 часов работы не более $3 \cdot 10^{-9}$).

Исследование метрологических характеристик созданного измерительного комплекса было проведено с помощью линейных мер TGZ1, TGZ2, TGZ3, калиброванных в РТВ (Германия) на метрологическом зондовом микроскопе. Сравнение полученных результатов и измерений на «НаноСкан-3Di» приведено в таблице 2. Для всех трех мер значения, измеренные на «НаноСкан-3Di», попали в 95% доверительный интервал, оцененный по результатам измерений в Германии. Полученные результаты позволяют утверждать, что созданный прибор может быть использован в качестве рабочего эталона для измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне, что позволит обеспечить прослеживаемость измерений линейных размеров наноструктур методами сканирующей зондовой микроскопии.

Гоголинский К., Усенинов А., Кузнецов А., Решетов В., Голубев С. Метрологическое обеспечение измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне // Наноиндустрия - №1 – 2012 – с.48



Таблица 3. Сравнение результатов измерений мер серии TGZ

Мера	Высота ступеней, нм	
	НаноСкан	РТВ (Германия)
TGZ1	18,1 ± 0,2	18,4 ± 1,0
TGZ2	100,0 ± 0,4	101,1 ± 1,6
TGZ3	488,0 ± 0,9	489,0 ± 1,8

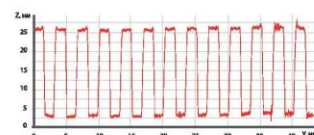


Рис. 17. Профиль меры TGZ01 (21,4 нм), измеренный с помощью «НаноСкан»

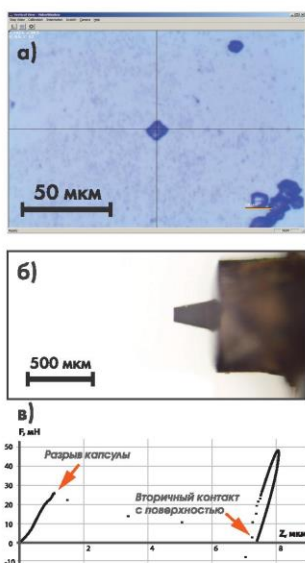


Рис. 18. Позиционирование объекта по видеозображению (а), микрофотография алмазного наконечника типа «плоский штамп» (б), зависимость нагрузка-смещение, регистрируемая при сжатии микрокапсулы (в).

МЕХАНИЧЕСКИЕ ИСПЫТАНИЯ МИКРООБЪЕКТОВ

Высокая точность взаимного позиционирования объекта исследования и наконечника, а также возможность использования наконечников различной геометрии позволяют реализовывать в приборах «НаноСкан» испытание механических свойств микроразмерных объектов. В частности, реализована методика определения механической прочности полиэлектролитных микрокапсул, полученных по технологии послойной адсорбции (LbL), основанной на поочередной адсорбции поликатионов и полианионов на заряженной подложке.

Характерный диаметр объектов может составлять от единиц до сотен микрометров. Точные геометрические характеристики объекта определяются по изображению оптического микроскопа. В качестве наконечника применяется алмазный плоский штамп с заданным рабочим диаметром.

Регистрируемая зависимость нагрузка-смещение позволяет определить силу, при которой происходит разрушение капсулы. По отношению силы к диаметру капсулы определяется характеристика ее механической прочности.

Подобная методика широко используется для биологических объектов, частиц краски, применяемых в тонерах принтеров, испытаниях мелкодисперсного абразивного материала.

Усенинов А.С., Кравчук К.С., Масленников И.И., Решетов В.Н., Фомкина М.Г. Исследование прочности микрообъектов с помощью сканирующего нанотвердомера «НаноСкан» // Наноиндустрия – 2015 - № 4 – с. 54-60

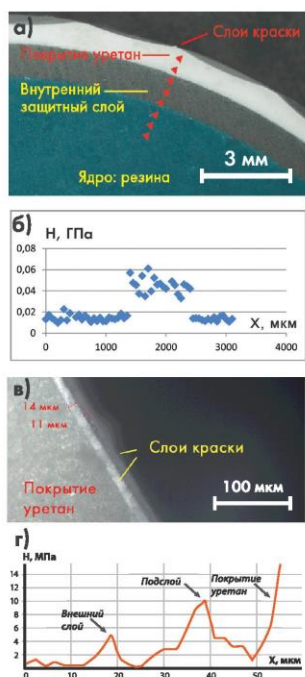


Рис. 19. Оптические фотографии образца и профили твердости. Ядро, внутренний слой, покрытие уретана (а), (б); покрытие уретана и два слоя краски (в), (г).

ПОСТРОЕНИЕ ПРОФИЛЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

Автоматизация выполнения серии измерений вдоль заданной линии или на заданной площади на поверхности образца позволяет реализовывать в приборах «НаноСкан» методики картографирования или профилирования механических свойств.

Данная методика крайне важна при исследовании объектов, структура которых характеризуется существенной пространственной неоднородностью механических свойств. В качестве примера такого объекта выступает мяч для гольфа, состоящий из ядра и нескольких различных по свойствам слоев и покрытий толщиной от нескольких микрометров до миллиметра и более (рис. 19а). Измерения могут проводиться как на воздухе, так и в жидкой среде.

Программное обеспечение «НаноСкан» позволяет автоматически измерять и строить изображения профилей и карт распределения твердости и модуля упругости в поле от нескольких десятков микрометров до 100 мм с заданным шагом между точками. Примеры измеренных профилей приведены на рис. 19б и 19г, результаты измерения свойств каждого слоя приведены в Таблице 4.

Таблица 4. Свойства различных слоев на образце мяча для гольфа

Параметр \ область	Ядро	Внутренний защитный слой	Покрытие уретан	Подслой краски	Внешний слой краски
Толщина, мкм	-	1100	800	12	15
Твердость, МПа	15	45	15	10	5
Модуль упругости, МПа	100	600	150	80	60

А.Усенинов, К.Кравчук, И.Масленников, В.Решетов Исследование механических свойств структурных элементов покрытия мяча для гольфа // Наноиндустрия – 2015 - № 6 - с. 46

ИЗМЕРЕНИЕ МИКРОТВЕРДОСТИ ПО ВИККЕРСУ

Нанотвердомер «НаноСкан-4D» позволяет проводить измерение микротвёрдости по восстановленному отпечатку в соответствии с ГОСТ 9450-76. Аналогичный метод используется в классических микро твердомерах.

В качестве наконечника используется четырёхгранная пирамида типа Виккерса (угол между противоположными гранями 136°). Измерения производятся по оптическим микрофотографиям. Твёрдость HV рассчитывается, как отношение максимальной приложенной к индентору нагрузки к площади поверхности восстановленного отпечатка, измеренной по его изображению:

$$HV = \frac{P}{F_{\text{пов}}} = \frac{1,8544 \cdot P}{d^2},$$

d – средняя длина диагоналей четырёхугольного отпечатка, в миллиметрах, **P** – максимальная нагрузка в килограмм-силах.

Твёрдость по шкале Виккерса является одним из наиболее распространённых и давно применяемых в мире методов определения твёрдости. Его использование в комбинации с методами измерения нанотвёрдости позволяет проводить прямое сравнение и привязку значений твёрдости на разных масштабных уровнях.

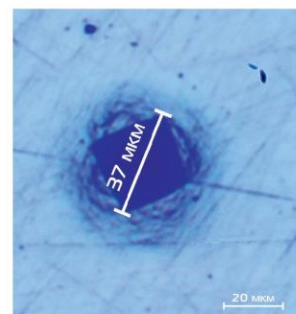


Рис. 20. Отпечаток в стандартный образец меры твёрдости. Нагрузка 200 г. Твёрдость 270 HV 0,2

ИЗМЕРЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРНОЙ ЗАВИСИМОСТИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

Предметный столик с контролем нагрева применяется для измерения механических свойств материалов при повышенной температуре. Предметный столик позволяет производить нагрев образца до температуры 400 °C и проводить все виды механических испытаний, реализованных в нанотвердомере «НаноСкан-4D». Точность поддержания заданной температуры составляет 0,1 °C.

В результате испытаний измеряются такие характеристики материала как твердость, модуль упругости, коэффициент упругого восстановления, трещиностойкость, износостойкость и ряд других при определенной температуре.

Характерные размеры образца для температурных исследований с помощью «НаноСкан» составляют 25 x 25 x 10 мм.

В качестве примера экспериментальной зависимости механических свойств материала от температуры на рисунке 21а,б представлены графики зависимостей твердости и модуля упругости от температуры для полиметилметакрилата (ПММА) при нагреве до 140 °C.

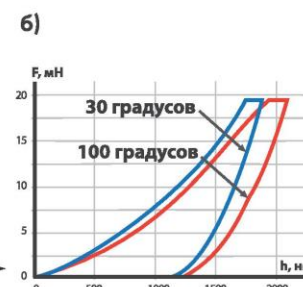
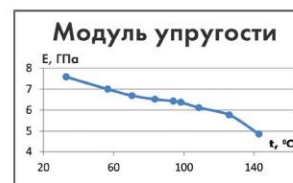
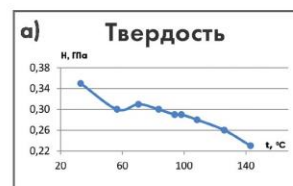


Рис. 21. Зависимость твердости и модуля упругости ПММА от температуры (а); Зависимость нагрузка-перемещение при температуре 30 °C и 100 °C, полученные на образце ПММА (б).

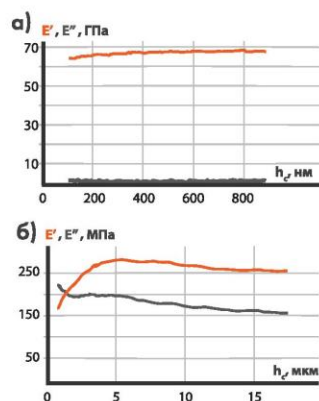


Рис. 22. Измеренные значения модуля упругости E' и модуля потерь E'' для плавленого кварца (а), битума (б).

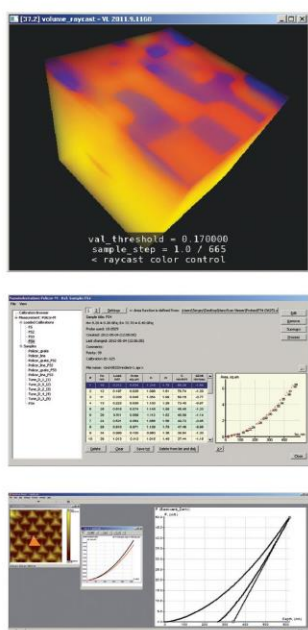
ДИНАМИЧЕСКОЕ ИЗМЕРЕНИЕ ЖЕСТКОСТИ

В приборах «НаноСкан-4D» реализован метод динамического измерения контактной жесткости. В основе данного метода лежит измерение квадратурных компонент смещения при приложении гармонической силы, в дополнение к монотонному углублению зонда в образец.

На основе полученных данных компонент рассчитываются значения действительной и мнимой компоненты жесткости, а затем на их основе производится расчет значений модулей упругости E' и E'' , соответствующих синфазной и сдвинутой на 90° компоненте смещения.

Типичный диапазон рабочих частот доходит до 50 Гц, однако в случае измерений в преднагруженном состоянии возможна работа на частотах до 300 Гц.

ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ



ПРОГРАММНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПРИБОРОВ СЕМЕЙСТВА «НАНОСКАН» ЭТО:

- автоматизированное проведение измерений методами инструментального наноиндентирования, склерометрии, силовой спектроскопии, сканирующей зондовой и атомно-силовой микроскопии;
- возможность задания параметров тестов с помощью оптического микроскопа или по изображению рельефа поверхности, полученного методами СЗМ/АСМ;
- высокопроизводительная пакетная обработка экспериментальных данных наноиндентирования с применением новейших методов параллельных вычислений;
- возможность гибкой настройки протокола индентирования;
- язык макро-команд, позволяющий реализовывать произвольную последовательность измерений в автоматическом режиме;
- широкий набор математических функций, позволяющих проводить различные преобразования, построение спектров, фильтрацию полученных двух и трехмерных данных, а также аппроксимацию кривых;
- построение двумерных (топографических) и трехмерных (объемных) карт распределения твердости и модуля упругости в зависимости от пространственных координат;
- расчет измеряемых значений механических свойств и параметров шероховатости в полном соответствии с действующими стандартами (ГОСТ и ISO).

СХЕМА ПРОЕЗДА

Адрес:

Федеральное государственное бюджетное научное учреждение «Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов»

Россия, 108840, г. Москва, г.Троицк, ул. Центральная, 7а.

Проезд на общественном транспорте:

На метро до станции «Теплый стан» (выход на улицу из первого вагона, если ехать из центра), далее по указателям к автобусу №398.

Проезд автобусом №398 до остановки «Улица Центральная» (ул. Центральная, 7). Рекомендуется уточнить у водителя или кондуктора, что автобус едет мимо МакДональдса в городе Троицке.

На автомобиле:

Ул. Профсоюзная, далее Калужское шоссе, на 40-м км (за МакДональдсом) на светофоре повернуть направо, ехать 300 м, на перекрестке повернуть налево (10 м).





ТИСНУМ

Федеральное государственное
бюджетное научное учреждение
«Технологический институт сверхтвёрдых
и новых углеродных материалов»
(ФГБНУ ТИСНУМ)

Россия, 108840, Москва,
г. Троицк, ул. Центральная, 7а
Телефоны: +7 (499) 272-23-14 доб. 240
Телефон секретаря: +7(499) 272-23-13
Факс: +7 (499) 400-62-60
e-mail: info@nanoscan.info; info@tisnum.ru
www.nanoscan.info
www.tisnum.ru

Приложение Б

Список публикаций сделанных в XXI веке и использующих результаты, полученные на приборах семейства «НаноСкан».

2000

1 Усеинов А.С., Гоголинский К.В. Программный комплекс для обработки и визуализации данных, получаемых методами сканирующей зондовой микроскопии (СЗМ) // Научная сессия МИФИ-2000. Сборник трудов. – М.: МИФИ, 2000, – т. 1, С. 186-187

2003

2 Gogolinsky K.V., Useinov A.S. Development of methods for mechanical properties measurements using the scanning probe microscope-nanohardness tester NanoScan // Scanning Probe Microscopy – 2003 International Workshop. Proceedings. – Nizhny Novgorod – March 2-5, 2003 – pp. 225-227

3 Useinov A. // Partnership for Prosperity and Security. Proceedings. – Philadelphia, PA, USA – 2003, p.68

2004

4 Усеинов А.С. Измерение модуля Юнга сверхтвердых материалов с помощью сканирующего зондового микроскопа «НаноСкан» // Приборы и техника эксперимента – 2004 – № 1 – с. 134-138

5 Useinov A.S. A Nanoindentation Method for Measuring the Young Modulus of Superhard Materials Using a NanoScan Scanning Probe Microscope // Instruments and Experimental Techniques - Vol. 47, No. 1 - 2004 - pp. 119–123

6 Гоголинский К.В., Косаковская З.Я., Усеинов А.С., Чабан И.А. Измерении упругих модулей плотных слоев ориентированных углеродных нанотрубок с помощью сканирующего силового микроскопа // Акустический журнал – 2004 – т. 50, № 6 – с. 770-775

7 Gogolinski K.V., Kosakovskaya Z.Ya., Useinov A.S., Chaban I.A. Measurement of the Elastic Moduli of Dense Layers of Oriented Carbon Nanotubes by a Scanning Force Microscope // Acoustical Physics - Vol. 50, No. 6 - 2004 - p.664

8 Гоголинский К.В., Усеинов А.С. Измерение модуля упругости сверхтвердых материалов с помощью сканирующего силового микроскопа «НаноСкан» // 6-й Белорусский семинар по сканирующей зондовой микроскопии БелСЗМ-2004. Сборник трудов – 2004 – с. 47

9 Gogolinskiy K.V., Useinov A.S. Measuring elastic modulus of hard materials using SPM NanoScan // 6-th Byelorussian seminar on Scanning probe microscopy. Proceedings. – 2004

10 Усеинов А.С. Измерение модуля упругости высокотемпературных полупроводниковых материалов и других твердых тел методом сканирующей силовой микроскопии // Диссертация на соискание ученой степени кандидата физ.-мат. наук. – 2004

2005

11 Бланк В.Д., Гоголинский К.В., Петржик М.И., Усеинов А.С. Применение сканирующих зондовых микроскопов для измерения механических свойств твердых и сверхтвердых материалов на наноуровне // XIV Российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твердых тел (РЭМ-2005). Сборник трудов. – 2005 – С.46

12 Blank V.D., Gogolinskiy K.V., Petrzhik M.I., Useinov A.S., Application of scanning probe microscopes to evaluation of mechanical properties // XIV-th all-Russian symposium on Scanning electron microscopy and analytical methods of solid materials investigation. Proceedings. – 2005

13 Useinov A. A novel approach to evaluation of elastic modulus of hard and superhard materials using SPM // Micromechanics and microstructure evolution: modeling, simulation and experiments. Proceedings. – Madrid, Spain – 2005

14 Useinov A.A., Gogolinskiy K.V., Evaluation of elastic modulus of hard materials using SPM NanoScan // MRS 2005 Fall Meeting. Proceedings. – Boston, USA – 2005

2006

15 Useinov A. Elastic modulus of hard materials measured using SPM // 8-th International conference on nanostructured materials NANO-2006. Proceedings. - Bangalore, India – 2006 – p. 146

16 Gogolinskiy K.V., Kulibaba V.F., Reshetov V.N., Soshnikov A.I., Useinov A.S., The measurement of mechanical and electrical properties of nanostructures with use of conductive diamond tip // NATO International Advanced Research Workshop "Nanoscaled Semiconductor-on-Insulator Structures and Devices", Sudak, Ukraine. Proceeding. – 2006 – p.65

2007

17 Гоголинский К.В., Львова Н.А., Усеинов А.С., Применение сканирующих зондовых микроскопов и нанотвердомеров для измерения механических свойств твердых

материалов на наноуровне (обобщающая статья) // Заводская лаборатория. Диагностика материалов – т.73, № 6 – 2007 – с.28

18 Гоголинский К.В., Усеинов А.С., Львова Н.А., Кулибаба В.Ф., Новый подход к измерению механических свойств металлов и сплавов на наномасштабе с помощью сканирующего наноиндентора // III Российская научно-техническая конференция "Разрушение, контроль и диагностика материалов и конструкций", Екатеринбург..Тезисы докладов - 2007 - С. 93

19 Сошников А.И., Гоголинский К.В., Решетов В.Н., Усеинов А.С., Кулибаба В.Ф., Модифицирование нанопленок путем механического и электрического воздействия алмазными зондами СЗМ. // II Всероссийская конференция по наноматериалам НАНО-2007, г. Новосибирск, Сборник трудов с.236

2008

20 Useinov A.S., Gogolinskiy K.V., Reshetov V.N. Mutual consistency of mechanical testing at micro- and nanoscale // 9-th European symposium on nano-mechanical testing. Proceedings - 2008 - p.38

21 Усеинов С.С., Соловьев В.В., Львова Н.А., Гоголинский К.В., Усеинов А.С., Кулибаба В.Ф. Особенности измерения механических свойств сверхтвердых материалов на наномасштабе // Первая международная научная конференция «Наноструктурные материалы – 2008: Беларусь-Россия-Украина», Минск. Сборник трудов. - 2008

22 Усеинов А.С. Применение сканирующего нанотвердомера «НаноСкан» для исследования механических свойств на наномасштабах // 1-я Школа «Метрология и стандартизация в нанотехнологиях и nanoиндустрии. Наноматериалы.». Сборник трудов. – 2008 – С.60

23 Колдаева М.В., Усеинов А.С., Григорьева М.С., Виноградов А.В., Просеков П.А., Писаревский Ю.В. Методы выявления и изучения свойств микроразмерных областей неоднородности в кристаллах на примере полосчатой структуры лангаситов // XIII Национальная конференция по росту кристаллов «НКРК-2008». Сборник трудов. – 2008 – С.304

24 Усеинов А.С. «Применение методов сканирующей зондовой микроскопии для исследования механических свойств материалов на наномасштабах» // V Международная конференция студентов и молодых ученых «Перспективы развития фундаментальных наук», Томск. Сборник трудов. - 2008

25 Dorozhkin P.S., Schekin A., Shelaev A., Bykov V., Gogolinsky K.V., Kulibaba V.F., Useinov A.S. , Investigation of Carbon-like materials by AFM integrated with confocal Raman microscope and with nanoindenter // NanoDiamond-2008, St.Peterburg, Russia. Proceedings. – 2008

26 Гоголинский К.В., Решетов В.Н., Усеинов А.С. Измерительная система «НаноСкан»: от микротвердости к нанотвердости // Всероссийская научно-техническая конференция «Механометрика-2008». Сборник докладов. – 2008 – С.57

27 Усеинов С.С., Соловьев В.В., Гоголинский К.В., Львова Н.А., Усеинов А.С., Кулибаба В.Ф., Петржик М.И., Особенности применения метода наноиндентирования для измерения твердости на наномасштабе // Нанотехника - № 1 – 2008 – с.111

2009

28 Гоголинский К.В., Решетов В.Н., Усеинов А.С. Измерение твердости с нанометровым пространственным разрешением // Научно-технический семинар «Актуальные направления развития измерений твердости». Сборник трудов. – 2009 – С.22

29 Useinov A., Gogolinskiy K., Reshetov V., Mutual consistency of hardness testing at micro- and nanometer scales // International Journal of Materials Research - vol. 100, No. 7 - 2009 - P.968-972

30 Useinov A., Gogolinsky K., Reshetov V., The experimental study of the perimeter plastic deformation during scratch hardness test // Nanomechanical testing in materials research and development. Proceedings. – Barga, Italy – 2009

31 Усеинов А.С., Гоголинский К.В., Усеинов С.С. Особенности применения различных методик измерения твердости на наномасштабе // IV Российская научно-техническая конференция «Ресурс и диагностика материалов и конструкций». Сборник трудов. – 2009 – С.91

32 Lebedenko I.Yu., Arutyunov S.D., Muslov S.A., Useinov A.S. Testing of Young's modulus and hardness of sound and carious enamel at nanometer scale // 11th Workshop Nanoscience and Nanotechnology. Proceedings. – Varna, Bulgaria – 2009

33 Усеинов А.С. Исследование согласованности результатов измерения механических свойств на микро- и наномасштабах с помощью сканирующего нанотвердомера НаноСкан // 6-я международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология». Сборник трудов. - 2009 – С.213

34 Гоголинский К.В., Решетов В.Н., Усеинов А.С., Усеинов С.С. Измерение твердости гетерогенных материалов с нанометровым пространственным разрешением // 6-я международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология». Сборник трудов. - 2009 – С.215

35 Лебеденко И.Ю., Арутюнов С.Д., Муслов С.А., Усеинов А.С. Нанотвердость и модуль Юнга зубной эмали // Вестник РУДН, серия Медицина – № 4 – 2009 – С.637

36 Лебеденко И.Ю., Арутюнов С.Д., Муслов С.А., Усеинов А.С. Исследование наномеханических свойств зубной эмали // Кафедра. – 2009. – № 32. – С. 24-28

2010

37 С.С. Усеинов, А.С. Усеинов, К.В. Гоголинский Методы исследования механических свойств материалов на наномасштабе // Научная сессия НИЯУ МИФИ-2010. Тезисы конференции. М., 2010. т.2, С.147

38 С.С. Усеинов, В.В. Соловьев, К.В. Гоголинский, А.С. Усеинов, Н.А. Львова. Методы измерения механических свойств материалов с нанометровым разрешением и их метрологическое обеспечение. // Труды научной сессии НИЯУ МИФИ-2010 – 2010 – т.2, с.233

39 V.N. Denisov, B.N. Marvin, V.D. Blank, E.A. Vinogradov, A.N. Kirichenko, K.V. Gogolinsky, A.S. Useinov, Veli-Matti Tiainen, Antti Soininen, Yrjo T. Konttinen, Characterization of diamond-like carbon(DLC) films. // European conference on nano films – 2010, Liege, March 22-25, Abstract book, p.57

40 V.N. Denisov, B.N. Marvin, V.D. Blank, E.A. Vinogradov, A.N. Kirichenko, S.N. Polyakov, K.V. Gogolinsky, A.S. Useinov, Vanda Cristina Fortio Godinho, Juan Carlos Sanchez Lopez, David Philippon, Asuncion Fernandez Camacho, Characterization on TiAlN coatings // European conference on nano films – 2010, Liege, March 22-25, Abstract book, p.39

41 К.В. Гоголинский, А.С. Усеинов Об унификации определения твердости и возможности перехода при ее измерениях от шкал порядка к шкале отношений.// 2-й международный симпозиум «Механометрика-2010», г. Москва, 20-23 апреля 2010, Сборник трудов, стр. 131-134

42 Useinov A., Gogolinskiy R., Useinov S., Reshetov V., Soloviev V. Mechanical testing techniques: From micro- to nanometer scales as investigated with scanning nano-hardness tester “NanoScan-3D” 10th European Conference on Non-Destructive Testing, Moscow 2010, June 7-11, Abstracts Part 2, p.320

43 Лебеденко И.Ю., Арутюнов С.Д., Усеинов А.С., Муслов С.А., Брандт Н.Н., Апресян С.В. Исследование воздействия сверхнизких (4,2 К) температур на наномеханические свойства зубной эмали / III Евразийский конгресс по медицинской физике и инженерии “МЕДИЦИНСКАЯ ФИЗИКА – 2010”, 21-25 июня 2010 г. Сборник материалов. Москва: МГУ, 2010. Т. 4. Инновационные технологии в медицине и здравоохранении. Часть I. – С. 323-324.

44 С.С. Усеинов, В.В. Соловьев, К.В. Гоголинский, А.С. Усеинов, Н.А. Львова Измерение механических свойств материалов с нанометровым пространственным разрешением // Наноиндустрия - №2 – 2010 - с. 30-35

45 С.С. Усеинов, А.С. Усеинов, А.И. Сошников, К.В. Гоголинский, Новый подход к изучению упруго-пластической деформации материалов методом склерометрии (царапания) на микро и наномасштабе \ \ 6-я Российская научно-техническая конференция «Механика неоднородных материалов и разрушение», г. Екатеринбург, 24-28 мая 2010 г. Тезисы докладов, с.49

46 V.N. Reshetov, D. Ganzy, K.V. Gogolinsky, A.S. Useinov Measurement of young's modulus and electrical conductivity of materials during surface scanning. // 1st Nano Measure Scientific Symposium - 2010 Krakow, 3-4 June, Abstract book, pp.48-49

47 Лебеденко И.Ю., Арутюнов С.Д., Усеинов А.С., Муслов С.А., Брандт Н.Н., Апресян С.В. Исследование воздействия сверхнизких (4,2 К) температур на наномеханические свойства зубной эмали / III Евразийский конгресс по медицинской физике и инженерии “МЕДИЦИНСКАЯ ФИЗИКА – 2010”, 21-25 июня 2010 г. Сборник материалов. Москва: МГУ, 2010. Т. 4. Инновационные технологии в медицине и здравоохранении. Часть I. – С. 323-324

48 Широков И.А., Гоголинский К.В., Усеинов А.С., Львова Н.А. Программа для ЭВМ «Программа для калибровки диапазона линейных перемещений сканеров сканирующих зондовых устройств с помощью периодических линейных мер.» Заявка № 2010613319 от 07 июня 2010

49 Патент РФ на полезную модель «Сканирующий нанотвердомер» № 96428. Заявка № 2010110044. Приоритет полезной модели 18.03.2010, Зарегистрировано в Государственном реестре полезных моделей 27.07.2010.

50 Патент РФ на полезную модель «Сканирующий зондовый микроскоп-нанотвердомер, совмещенный с оптической системой линейных перемещений» № 96429. Заявка № 2010110686. Приоритет полезной модели 23.03.2010, зарегистрировано в Государственном реестре полезных моделей 27.07.2010.

51 К.В. Гоголинский, В.Н. Решетов, А.С. Усеинов Измерения твердости в субмикро- и наномеровом диапазонах линейных размеров // Мир измерений № 8 – 2010 – С.41

52 Useinov A., Kravchuk K., Novel approach to indenter apex characterization // Newcastle nanoindentation conference 2 – 2010 Newcastle, 28-30 July 2010, Abstract book, p.7

53 Кириченко А.Н., Денисов В.Н., Бланк В.Д., Маврин Б.Н., Виноградов Е.А., Гоголинский К.В., Усеинов А.С., Тиаинен В.-М., Соинен А., Конттинен Ю. Исследование алмазоподобных углеродных пленок методами комбинационного рассеяния света и

наноиндентирования // Наноструктурные материалы – 2010: Беларусь, Россия, Украина, 19-22 октября 2010. Сборник тезисов. С.577

54 Усеинов А.С., Гоголинский К.В., Решетов В.Н. Измерение механических свойств сверхтвердых алмазоподобных углеродных покрытий // Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология. Конструкционные и функциональные материалы (в том числе наноматериалы) и технологии их производства». Сборник трудов. 2010. С.383

55 Усеинов А.С., Усеинов С.С., Гоголинский К.В., Соловьев В.В. Исследование упруго-пластических свойств материалов методом склерометрии (царапания) на микро и наномасштабе // Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология. Конструкционные и функциональные материалы (в том числе наноматериалы) и технологии их производства». Сборник трудов. 2010. С.387

56 Усеинов А., Гоголинский К. Механические свойства сверхтонких углеродных алмазоподобных покрытий // Наноиндустрия - №5 – 2010 – С.54-56

57 Бланк В.Д., Усеинов А.С. Чтобы измерить качество покрытий // Инженерная газета № 29-30 (1537-1538) – 2010

58 Усеинов А., Усеинов С. Измерение механических свойств методом царапания // Наноиндустрия - №6 – 2010 – С.28-32

2011

59 Гоголинский К.В., Жуков А.А., Капустян А.В., Королева В.А., Усеинов А.С. Оценка изгибной жесткости и деформации микроразмерных исполнительных элементов устройств микросистемной техники // Нано- и микросистемная техника – 2011 – №1 С. 39-42

60 N. Lvova, I. Shirokov, A. Useinov, K. Gogolinskiy Surface Image Processing Algorithms in Scanning Probe Microscopy and Nanohardness Measurements // Proceedings to World Congress on Engineering 2011 (WCE 2011), London, U.K., 6-8 July, 2011 Volume II, P. 1577-1582

61 Гоголинский К.В., Решетов В.Н., Усеинов А.С. Об унификации определения твердости и возможности перехода при ее измерении к размерным величинам // Измерительная техника. 2011. № 7. С.28-34

62 K.V. Gogolinskii, V. N. Reshetov and A. S. Useinov Unification of hardness determination and possibility of transferring it to dimensional values // Measurement Techniques - 2011 - Vol. 54, No. 7, pp. 781-789

63 Усеинов А.С., Усеинов С.С., Гоголинский К.В. Методические и метрологические аспекты измерения твердости материалов на нанометровом масштабе // 4-я школа «Метрология

и стандартизация в нанотехнологиях и nanoиндустрии. Функциональная наноматериалы», г. Новосибирск, 26-29 апреля 2011, Сборник тезисов. С.33

64 Гоголинский К.В., Усеинов А.С., Кравчук К.С. Методы и средства исследования механических и электрических свойств субмикронных и нанометровых пленок и покрытий // 10-я Международная конференция «Пленки и покрытия-2011» 31 мая – 3 июня 2011, г. Санкт-Петербург, Труды конференции, С.279-281

65 Useinov A Instrumented indentation testing with a series of pyramid indenter geometries // International indentation workshop 4, Seoul, South Korea, 3-8 July 2011, Abstracts book, P.32

66 Усеинов А., Кравчук К., Львова Н. Измерение износостойкости сверхтонких наноструктурированных покрытий // Наноиндустрия - №4 – 2011 – С.46-50

67 Кравчук К.С., Науменко Ю.Н., Усеинов А.С., Усеинов С.С. Характеризация биологических объектов с использованием сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентирования // 2-я международная школа Роснано «Нanomатериалы и нанотехнологии в живых системах. Безопасность и медицина», 19-24 сентября 2011, Сборник тезисов С.80

68 Useinov A. In situ evaluation of pile-ups height during scratch hardness test // Nanomechanical testing in materials research and development – Lanzarote, Spain, 9-14 October 2011, Abstracts book.

69 Усеинов А.С., Гоголинский К.В., Решетов В.Н. Измерение механических свойств сверхтвердых алмазоподобных углеродных покрытий // Известия ВУЗов. Химия и химическая технология – т.54, №7 – 2011 - С.51

70 Усеинов А.С., Кравчук К.С., Русаков А.А. Комплексное исследование физико-механических и трибологических свойств сверхтонких гальванических покрытий // Мир гальваники - № 3 (19) – 2011 – с.51-55

71 Усеинов А.С., Кравчук К.С., Кенигфест А.М. Исследование механических свойств углеродных композиционных материалов // Наноиндустрия - №6 – 2011 – с.24-26

72 Башков В.М., Беляева А.О., Миронов Ю.М., Токарев Д.А., Михайлов С.Н., Усеинов А.С. Исследование химического состава и механических свойств алмазоподобных покрытий, полученных с использованием электродуговых методов физического осаждения из паровой фазы // Наноинженерия - №6 – 2011 – с.39

73 Kravchuk K.S., Naumenko YU.N., Useinov A.S., Useinov S.S. Characterization of biological objects using scanning probe microscopy and nanoindentation // 2-я Международная школа «Нanomатериалы и нанотехнологии в живых системах. Безопасность и наномедицина», 19–24 сентября 2011 г, Московская область

2012

74 Гоголинский К., Усеинов А., Кузнецов А., Решетов В., Голубев С. Метрологическое обеспечение измерений линейных размеров в нанометровом диапазоне // Наноиндустрия - №1 – 2012 – с.48

75 Русаков А.А., Усеинов А.С. Построение карт распределения твердости на поверхности материалов // Научная сессия МИФИ 2012, Аннотации докладов, т.1, С.138

76 Прокудин С.В., Усеинов А.С. Изучение особенности пластической деформации в кремнии в условиях наноиндентирования // Научная сессия МИФИ 2012, Аннотации докладов, т.2, С.91

77 Патент РФ на изобретение «Устройство для измерения параметров рельефа поверхности и механических свойств материалов» № 2442131, заявка № 2010130267, приоритет изобретения 21.07.2010, зарегистрировано в Государственном реестре изобретений 10.02.2012.

78 Гоголинский К.В., Усеинов А.С., Решетов В.Н., Кузнецов А.П., Голубев С.С. Обеспечение прослеживаемости к первичному эталону единицы длины при измерениях линейных величин методом СЗМ // XVI международный симпозиум «Нанозлектроника и наноэлектроника», Нижний Новгород, 12-16 марта 2012. Сборник трудов. Т.2, С.473.

79 Useinov A.S., Useinov S.S. Scratch hardness evaluation with in-situ pile-up effect estimation // Philosophical Magazine – vol.92, issue 25-27 – 2012 – pp. 3188-3198

80 Усеинов А.С., Гоголинский К.В. Диагностика сверхтонких покрытий методами трибометрии и твердометрии в едином измерительном цикле // 14-я международная научно-практическая конференция «Технологии упрочнения нанесения покрытий и ремонта: теория и практика», Санкт-Петербург, 7-20 апреля 2012. Сборник трудов. Т.2, С.367

81 Усеинов А.С., Гоголинский К.В., Кравчук К.С. Комплексное исследование физико-механических и трибологических свойств сверхтонких покрытий // VII Российская научно-техническая конференция «Механика микронеоднородных материалов и разрушение», Екатеринбург 23-26 апреля 2012 г. – Сборник тезисов, С.12

82 Усеинов А.С., Гоголинский К.В., Прокудин С.В. Применение алмазных наконечников с малым углом заострения для исследования физико-механических свойств поверхности // VII Российская научно-техническая конференция «Механика микронеоднородных материалов и разрушение», Екатеринбург 23-26 апреля 2012 г. – Сборник тезисов, С.12

83 Denisov, V.N., Mavrin, B.N., Vinogradov, E.A., Polyakov, S.N., Kirichenko, A.N., Gogolinsky, K.V., Useinov, A.S., Blank V.D., Mavrin B.N., Vinogradov E.A., Godinho V., Philippon

D., Fernandez, A. Structure of TiAlN reactive sputtered coatings // Journal of Nano- and Electronic Physics – 2012 - No. 4 (1) - PP. 1 - 4

84 Прокудин С.В., Усеинов А.С. Наблюдение особенностей фазовых переходов в кремнии при высоком локальном давлении в условиях индентирования // Известия ВУЗов. Материалы микроэлектронной техники - №1 – 2012 – С.17

85 Усеинов А.С., Радзинский С.А., Кравчук К.С., Золкина И.Ю., Андреева Т.И., Симонов-Емельянов И.Д. Физико-механические свойства силиконового покрытия на полимерных подложках // Пластические массы – №4 – 2012 – С.14

86 Прокудин, С.В., Усеинов А.С. Изучение влияния фазовых переходов на поведение пластической деформации в кремнии в процессе наноиндентирования // IX Международная конференция и VIII Школа молодых ученых «Кремний 2012» - Сборник тезисов, С.384

87 Усеинов А.С., Кравчук К.С., Кенигфест А.М., Кулаков В.В., Малахо А.П. «Исследование фрикционных углерод-углеродных материалов методами наноиндентирования и сканирующей зондовой микроскопии» // Восьмая международная конференция Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология, 25-28 сентября 2012 г.

88 Прокудин С.В., Усеинов А.С., Изучение влияния фазовых переходов на поведение пластической деформации в кремнии в процессе наноиндентирования // тезисы IX Международной конференции и VIII Школы молодых ученых «Кремний – 2012», Санкт-Петербург 9-13 июля 2012

89 Прокудин С.В., Усеинов А.С., Кириченко А.В., Изучение фазовых переходов в процессе наноиндентирования // тезисы всероссийской молодежной конференции «Актуальные проблемы Нано- и микроэлектроники», Уфа 25-28 сентября 2012

90 Useinov A., Gogolinskiy K., Reshetov V., Equipment for combined diagnostics of topological, mechanical, tribological and electrical properties of the materials surface // Proceedings to International seminar on nanosciences and nanotechnology NANO4, Cuba, Havana, September 17-21, 2012

91 Useinov A., Gogolinskiy K., Reshetov V., Metrological traceability of displacement control to the primary length standard in scanning probe microscopy techniques // Proceedings to International seminar on nanosciences and nanotechnology NANO4, Cuba, Havana, September 17-21, 2012

92 Useinov A., Useinov S., Evaluation of plastic pile-ups height during instrumented scratch hardness test // Proceedings to International seminar on nanosciences and nanotechnology NANO4, Cuba, Havana, September 17-21, 2012

93 Useinov A., Gogolinskiy K., Reshetov V., Kravchuk K., Metrological scanning probe microscope with integrated three-axes laser heterodyne interferometer // Proceedings to International seminar on nanosciences and nanotechnology NANO4, Cuba, Havana, September 17-21, 2012

94 Кравчук К.С., Гоголинский К.В., Усеинов А.С., Кузнецов А.П., Решетов В.Н., Голубев С.С., Метрологический сканирующий зондовый микроскоп с лазерным интерферометром «НаноСкан-3Di» // X Международная конференция «Методологические аспекты сканирующей зондовой микроскопии», Беларусь, Минск, 13-16 ноября 2012 г. Сборник докладов, с.293-297

95 Золкина И.Ю., Радзинский С.А., Америк В.В., Андреева Т.И., Симонов-Емельянов И.Д., Апексимов Н.В., Усеинов А.С., Кравчук К.С. Исследование влияния нанонаполнителей на абразивостойкость и оптические характеристики поликарбоната // Пластические массы – 2012 - №6, С.51-55

2013

96 Золотникова Г.С., Соловьев В.В., Гоголинский К.В., Усеинов А.С. Исследование влияния различных источников на суммарную погрешность измерения твердости методом измерительного наноиндентирования // Измерительная техника – 2013 - №2, С.32-36

97 Гоголинский К.В., Кравчук К.С., Усеинов А.С. Контроль параметров шероховатости и механических свойств тонких покрытий // 15-я международная научно-практическая конференция «Технологии упрочнения нанесения покрытий и ремонта: теория и практика», г. Санкт-Петербург, 16-19 апреля 2013, Сборник трудов, с.92-98

98 Useinov A.S., Radzinskii S.A., Kravchuk K.S., Zolkina I.Y., Andreeva T.I., Simonov-Emel'yanov I.D. The physicomechanical properties of siloxane coatings on polymer substrates // International Polymer Science and Technology – 2013 – vol. 40 No. 8 – pp.T39-T44

99 G.S. Zolotnikova, V.V. Solovyev, K.V. Gogolinskiy, A.S. Useinov Study of the effect of different sources on the combined error of hardness measurements by the instrumented indentation method // Measurement Techniques DOI 10.1007/s11018-013-0174-5

100 Усеинов А.С., Кравчук К.С., Гоголинский К.В., Измерение твердости. Контроль формы наконечника // Наноиндустрия – 2013 – Т.40, №2, С.38-47

101 Гоголинский К.В., Маслеников И.И., Решетов В.Н., Усеинов А.С. Универсальный зондовый датчик для сканирующих нанотвердомеров // Приборы и техника эксперимента – 2013 - № 5, С.90-97

102 Gogolinskii K.V., Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S. A multipurpose probe sensor for scanning nanohardness testers // Instruments and experimental techniques – 2013 – v.56, No 5, pp.576-583

103 Prokhorov V., Perfilov S., Useinov A., Veprincev K., Gnidash C., Kuftyrev R. Determination with integral ultrasonic method and local force microscopy method of elastic properties of B4C ceramics prepared by hot pressing // Machines, technologies, materials – 2013 – no12, pp.21-23

104 Useinov A., Libman M, Estrin E., Mapping the mechanical properties of magnetic gradient materials // Nanomechanical testing in materials research and development IV, Olhao, Portugal, October 6, 2013

105 Useinov A., Kravchuk K., Torskaya E., Mezrin A., Friction of thin multi-component oxide films: experiments and modeling // World tribology congress, Torino, Italy, September 8-13, 2013

106 Усеинов А., Кравчук К., Маслеников И. Индентирование. Измерение твердости и трещиностойкости покрытий // Наноиндустрия – 2013 - №7, С.48-56

107 Кравчук К.С., Гоголинский К.В., Усеинов А.С., Решетов В.Н., Метрологический измерительных комплекс «НаноСкан-3Di» на базе СЗМ // Научная сессия МИФИ, Сборник тезисов – 2013 - т.2, с.205

108 Патент РФ на изобретение «Способ изготовления разоблачающего послеоперационного зубочелюстного протеза для верхней челюсти» № 2532368, заявка № 2013142723, приоритет 20,09,2013, дата регистрации 05,09,2014

2014

109 Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И., Получение томограммы механических свойств методами наноиндентирования // Наноиндустрия – 2014 - №1, С. 34-38

110 Арутюнов С.Д., Никурадзе А.Н., Муслов С.А., Усеинов А.С., Маслеников И.И. Исследование адгезионных свойств цементов, применяемых для фиксации стоматологических иммобилизирующих шин // Институт стоматологии. – 2014. – №1 (62). – С. 106-109

111 Богомоллова Н.Н., Усеинов А.С., Твердохлебов С.И., Физико-механические характеристики PLLA пленок, модифицированных методов ВЧ магнетронного распыления // Современная техника и технологии (СТТ-2014) – г.Томск, 14-18 апреля 2014 г.

112 Русаков А.А., Мещеряков В.В., Усеинов А.С. Развитие методов управления сканирующими зондовыми микроскопами семейства «НаноСкан» // тезисы конференции Научная сессия МИФИ, Москва, 27 января – 01 февраля 2014

113 Пивоваров А.А., Арутюнов С.Д., Усеинов А.С. Исследование влияния методов полировки на шероховатость поверхности фрезерованного полимерного материала // Cathedra стоматологическое образование. – М., – 2014. – №47 – С.56-59.

114 Маслеников И. И., Усеинов А.С. Определение механических свойств покрытий с помощью методов наноиндентирования и силовой спектроскопии // Известия ВУЗов. Химия и химическая технология – 2014 – т. 57, № 5 – С. 67-70

115 Кравчук К.С., Усеинов А.С. Методы определения трещиностойкости тонких сверхтвердых покрытий алмазным индентором // Известия ВУЗов. Химия и химическая технология – 2014 – т. 57, № 5 – С. 28-31

116 Арутюнов С.Д., Никурадзе А.Н., Муслов С.А., Усеинов А.С., Маслеников И.И. Исследование адгезионной прочности соединений материалов для иммобилизирующих шин и тканей зуба с помощью фиксирующих цементов // Деформация и разрушение материалов – 2014 – № 7 – С. 47-48

117 Арутюнов С.Д., Никурадзе А.Н., Муслов С.А., Усеинов А.С., Маслеников И.И. Экспериментальная установка для испытаний на усталостную прочность фиксирующих цементных соединений // Деформация и разрушение материалов – 2014 – № 7 – С.44-46

118 Христюкова В.И., Хубатхузин А.А., Абдуллин И.Ш., Лукин О.В., Усеинов А.С., Прокудин С.В. Упрочнение поверхности металла с помощью ВЧ-плазмы пониженного давления // Всероссийская (с международным участием) конференция «Физика низкотемпературной плазмы» ФНТП-2014, Казань 20-23 мая 2014 года, Сборник материалов, том 2, с.74

119 Lvova N., Perfilov S., Useinov A., Study of nanostructured composites using the sclerometry method // Key engineering materials – 2014 – vol.627 – pp.233-236

120 Волина А.А., Кравчук К.С., Русаков А.А., Усеинов А.С. Применение алмазных наконечников с малым углом заострения для исследования механических свойств и рельефа поверхности // Известия ВУЗов. Химия и химическая технология – 2014 – т. 57, № 12 – С. 100-102

121 Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И. Методы исследования пространственной неоднородности механических свойств наноструктурированных материалов // 9 международная конференция Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология. Тезисы конференции – Москва, Троицк, 5-8 ноября 2014 г. - 2014 – С. 434-438

122 Маслеников И.И., Решетов В.Н., Усеинов А.С., Измерение твердости материалов в процессе контактного сканирования // 9 международная конференция Углерод:

фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология. Тезисы конференции – Москва, Троицк, 5-8 ноября 2014 г. - 2014 – С. 283-284

123 A. Useinov, K. Kravchuk, I. Maslenikov Hardness tomography by nanoindentation // Materials Science and Engineering, September 23-25, 2014, Dahrmstadt, Germany

124 K.K. Kravchuk, A.S. Useinov Tomograms of hardness and elastic modulus // Piezoresponse force microscopy and nanoscale phenomena in polar materials, 14-17 июля 2014 г., Уральский Федеральный университет, Екатеринбург, Россия – Сборник тезисов – С. 14

125 Усеинов А.С. Современные возможности исследования физико-механических свойств с субмикронным пространственным разрешением // Школа-семинар молодых ученых «Участие молодых ученых в фундаментальных, поисковых и прикладных исследованиях по созданию новых углеродных и наноуглеродных материалов». Сборник тезисов – Московская область, пос. Андреевка, 2-3 октября 2013 г. - С. 10-11

126 Маслеников И.И., Усеинов А.С. Измерение модуля упругости сверхтонких алмазоподобных пленок методами измерительного индентирования и силовой спектроскопии // Школа-семинар молодых ученых «Участие молодых ученых в фундаментальных, поисковых и прикладных исследованиях по созданию новых углеродных и наноуглеродных материалов». Сборник тезисов – Московская область, пос. Андреевка, 2-3 октября 2013 г. - С. 18-20

127 Кравчук К.С., Усеинов А.С., Львова Н.А. Измерение трещиностойкости алмазоподобных пленок методами индентирования и склерометрии // Школа-семинар молодых ученых «Участие молодых ученых в фундаментальных, поисковых и прикладных исследованиях по созданию новых углеродных и наноуглеродных материалов». Сборник тезисов – Московская область, пос. Андреевка, 2-3 октября 2013 г. - С. 80-83

128 Прокудин С.В., Усеинов А.С. Применение легированных алмазных инденторов для измерения локальных электрических свойств // Школа-семинар молодых ученых «Участие молодых ученых в фундаментальных, поисковых и прикладных исследованиях по созданию новых углеродных и наноуглеродных материалов». Сборник тезисов – Московская область, пос. Андреевка, 2-3 октября 2013 г. - С. 86-88

129 Арутюнов С.Д., Лебеденко И.Ю., Муслов С.А., Усеинов А.С. Исследование наномеханических свойств зубной эмали в норме и при патологии – впервые в России // Стоматология славянских государств: труды VII Международной научно-практической конференции / Под ред. А.В. Цимбалистова, Б.В. Трифонова, А.А. Копытова. – Белгород: ИД «Белгород» НИУ «БелГУ», 2014. – 492 с., с. 13-14

130 Арутюнов С.Д., Муслов С.А., Усеинов А.С. Модуль упругости и нанотвердость зубной эмали после охлаждения до сверхнизких температур (4,2 К) // Стоматология славянских

государств: труды VII Международной научно-практической конференции / Под ред. А.В. Цимбалистова, Б.В. Трифонова, А.А. Копытова. – Белгород: ИД «Белгород» НИУ «БелГУ», 2014. – 492 с., с. 17-18

131 Патент РФ на изобретение «Устройство для измерения параметров рельефа поверхности и механических свойств материалов» № 2510009, заявка № 2012142772/28, приоритет 09.10.2012

132 Патент РФ на изобретение «Устройство для проведения механических испытаний зубных протезов» № 2556964, заявка № 2014108547, приоритет 06.03.2014, зарегистрирован 19.06.2015

2015

133 К.С. Кравчук, Е.В. Торская, А.С. Усеинов, Н.Н. Фролов Экспериментально-теоретическое исследование причин скалывания покрытий на основе многокомпонентных оксидов при фрикционном нагружении // Известия РАН. Механика твердого тела – 2015 – № 1 – С.64-74

134 K.S. Kravchuk, E.V. Torskaya, A.S. Useinov and N.N. Frolov, Experimental and theoretical study of what causes spallation for multicomponent oxide-based coatings under friction loading // Mechanics of Solids – 2015 – Vol. 50 No. 1 – pp.52-61

135 И.И. Маслеников, В.Н. Решетов, Б.А. Логинов, А.С. Усеинов Картографирование механических свойств наноструктурированных материалов с помощью пьезорезонансного зонда // Приборы и техника эксперимента – 2015 - № 3 – С. 125-131

136 I.I. Maslenikov, V.N. Reshetov, B.A. Loginov, A.S. Useinov Mapping of mechanical properties of nanostructured materials using a piezoresonance probe // Instruments and experimental techniques – 2015 – vol.58, no. 3 – pp. 438-443

137 Америк В.В., Андреева Т.И., Власова В.А., Золкина И.Ю., Кравчук К.С., Радзинский С.А., Симонов-Емельянов И.Д., Смирнова К.Е., Усеинов А.С., Федотова Т.И. Защитные кремнийорганические покрытия на изделиях из поликарбоната // Пластические массы, 2015, № 1-2. - С. 55-59

138 Чебодаева В.В., Комарова Е.Г., Шаркеев Ю.П., Усеинов А.С., Кравчук К.С. Физические и механические характеристики микродуговых биопокровов на сплаве системы Ti-Nb // Труды IV Международной научно-технической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Высокие технологии в современной науке и технике» (ВТСНТ-2015) – 21-24 апреля 2015 г., Томск

- 139 Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И., Решетов В.Н., Фомкина М.Г. Применение нанотвердомеров «НаноСкан» для исследования механической прочности полимерных микрокапсул // Высокие технологии. Приложение к межотраслевому справочнику организаций. Под.ред. Нанотехнологического общества России. 2015 г. – с.25-28
- 140 И.И. Маслеников, В.Н. Решетов, А.С. Усеинов Построение карт модуля упругости поверхности сканирующим зондовым микроскопом «НаноСкан 3D» // Приборы и техника эксперимента – 2015 – № 5 – с. 136-142
- 141 I.I. Maslenikov, V.N. Reshetov, A.S. Useinov Mapping the elastic modulus of a surface with a NanoScan 3D scanning microscope // Instruments and experimental techniques – 2015 – vol.58, no. 5 – pp. 711-717
- 142 Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И., Решетов В.Н., Фомкина М.Г. Исследование прочности микрообъектов с помощью сканирующего нанотвердомера «НаноСкан» // Наноиндустрия – 2015 - № 4 – с. 54-60
- 143 Усеинов А.С., Маслеников И.И., Волина А.А., Русаков А.А. Исследование пространственной неоднородности механических свойств методами индентирования и сканирующей зондовой микроскопии // XIII Российско-Китайский симпозиум "Новые материалы и технологии", сборник трудов – 2015 - г. Казань, 21-25 сентября 2015 г.
- 144 Е.В. Торская, А.М. Мезрин, А.В. Морозов, А.С. Усеинов, К.С. Кравчук, Н.Н. Фролов Сравнительное исследование трибологических свойств тонких покрытий на базе оксидов металлов на разных масштабных уровнях // Трение и износ - 2015 - т.36, № 6 - с.699-705
- 145 Torskaya E.V., Mezrin A.M., Morozov A.V., Useinov A.S., Kravchuk K.S., Frolov N.N. Comparative study of tribological behavior of thin coatings based on metal oxides at various scale levels // Journal of Friction and Wear- 2015 – vol. 36 No. 6 – pp. 542-547
- 146 Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И. Исследование механических свойств структурных элементов покрытия мяча для гольфа // Наноиндустрия - 2015 - № 6 – С.34-41
- 147 A.Useinov, B.Chalikh, K. Kravchuk, P. Lyamkin, S. Andrianov, A. Nikitin Study of sub-surface ion-implanted hardened layers with depth-sensing indentation // Nanomechanical testing in materials research and development V, Albufeira, Portugal, October 4-9, 2015
- 148 Useinov A.S., Kravchuk K.S., Rusakov A.A., Krasnogorov I.V., Kuznetsov A.P., Kazieva T.V. Indenter shape characterization for the nanoindentation measurement of nanostructured and other types of materials // Physics Procedia – 2015 – vol. 72 – pp.194-198

149 Усеинов А.С., Решетов В.Н., Маслеников И.И., Кравчук К.С. ISO – это просто! // Наноиндустрия – 2015 - № 7 – С.52-60

2016

150 Kulevoy T., Oks E., Chalykh B., Fedin P., Andrianov S., Kozlov A., Sitnikov A., Kravchuk K., Useinov A., Nikitin A., Bogachev A., Rogozhkin S., Orlov N., Askandarov N., Kuibeda R., Golubev A. Surface modification of ferritic steels using MEVVA and duoplasmatron ion sources // Review of scientific instruments – 2016 – vol. 87 – p.02C102

151 А.Усеинов, В.Решетов, И.Маслеников, А.Русаков, Е.Гладких, В. Беспалов, Б. Логинов Исследование свойств тонких покрытий в режиме динамического механического анализа с помощью сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-4D» // Наноиндустрия – 2016 – №1 - с. 80-87

152 И. Маслеников, Е. Гладких, А. Усеинов, Б. Логинов Построение объемных карт распределения механических свойств в приповерхностном объеме материала в режиме динамического механического анализа // Наноиндустрия – 2016 - № 2 – с. 36-41

153 Патент РФ на полезную модель «Устройство для измерения физико-механических свойств материалов» № 160682, заявка № 2015150228, приоритет полезной модели 24.11.2015, зарегистрировано в Государственном реестре изобретений 03.03.2016

154 Усеинов А.С., Решетов В.Н., Маслеников И.И., Кравчук К.С., Мезенева И.А. Современные методы исследования пространственной неоднородности механических свойств наноструктурированных материалов // VIII Всероссийская конференция по испытаниям и исследованиям свойств материалов «ТестМат», г. Москва, 17.02.2016

155 A. Jang, S.A. Gansky, I. Maslenikov, B. Rangell, A. Useinov, R. Prevost, S.P. Ho Reduced functional loads inversely affect the quality of interradicular bone // AADR 45th Annual Meeting, Los Angeles, CA, USA, March 16-19, 2016

156 К. Кравчук, А. Усеинов, И. Маслеников, С. Перфилов Автоматизированный контроль параметров композитных изделий с помощью нанотвердомера «НаноСкан» // Наноиндустрия – 2016 - № 3 – с. 54-58

157 М.Бутюто, А.Русаков, К.Кравчук, А.Усеинов, И.Маслеников Расширение рабочего диапазона нагрузки индентирования в нанотвердомерах серии "НаноСкан-4D" // Наноиндустрия – 2016 - № 5 – с. 36-40

158 Zhuikov V., Bonartsev A., Bagrov D., Bonartseva G., Rusakov A., Useinov A., The Changes in Surface Morphology and Mechanical Properties of Poly (3-hydroxybutyrate) Films during

in Vitro Degradation // 8-th International Conference MSMF8 - Brno, Czech Republic - June 27-29, 2016

159 Прокудин С.В., Решетов В.Н., Усеинов А.С. Измерение механических свойств углеродных материалов методом инструментального индентирования при температуре до 670 К // 10-я международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технологии» - г.Москва, г.Троицк, 6-9 июня 2016 г, Сборник тезисов - С.357-358

160 Кравчук К.С., Гладких Е.В., Маслеников И.И., Решетов В.Н., Усеинов А.С. Измерение механических характеристик углеродных материалов в режиме динамического механического анализа // 10-я международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технологии» - г.Москва, г.Троицк, 6-9 июня 2016 г. Сборник тезисов - С. 226-227

161 Мещеряков В., Маслеников И., Решетов В., Усеинов А. Использование резонансной частоты колебаний индентора для повышения разрешения при измерении нагрузки индентирования // Наноиндустрия – 2016 - № 5 – С. 36-40

162 Усеинов А., Кравчук И., Решетов В., Усеинов А. Использование резонансной частоты колебаний индентора для повышения разрешения при измерении нагрузки индентирования // Наноиндустрия – 2016 - № 5 – С. 36-40

163 Казиева Т.В., Кузнецов А.П., Губский К.Л., Понарина М.В., Решетов В.Н. Определение формы инденторов нанотвердомеров интерферометрическим способом // Письма в ЖТФ, 2017, том 43, вып. 3. с. 15-28.

164 Kazieva T. V., Kuznetsov A. P., Ponarina M. V., Gubskiy K. L., and Reshetov V. N. Metrological characterization of nm-range dynamic etalons using a heterodyne interferometer // Journal of Physics: Conference Series. 2016. 747 Vol. 747, Issue 1. pp. 012059.

Приложение В

Методики выполнения измерений, реализованные в приборах семейства «НаноСкан», приборы, внесенные в Государственный Реестр Средств Измерения Российской Федерации и награды, полученные за проведенные разработки и исследования.

Наименование методики измерений	Номер федерального реестра МВИ
МВИ «Определение механических свойств поверхности по данным нанотвердомерии и силовой спектроскопии с разрешением по оси Z при построении изображений (сканировании) поверхности и во время процедур нагружения – разгружения (не более 1 нм)». (для сканирующего зондового микроскопа с разрешением не более 1 нм). МВИ РСНТИДИ/09	ФР.1.28.2010.07834
Методика выполнения измерений твердости методом измерительного динамического индентирования на СЗМ «НаноСкан-3Д» МВИ ТИДИ/09	ФР.1.28.2010.07835
Методика выполнения измерений модуля упругости и упругого восстановления методом измерительного динамического индентирования на СЗМ «НаноСкан-3Д» МВИ МУВИДИ/09	ФР.1.28.2010.07836
Методика выполнения измерений твердости по восстановленному отпечатку в нанометровом диапазоне на СЗМ «НаноСкан-3Д» МВИ ТВОИМ/10	ФР.1.28.2010.07837

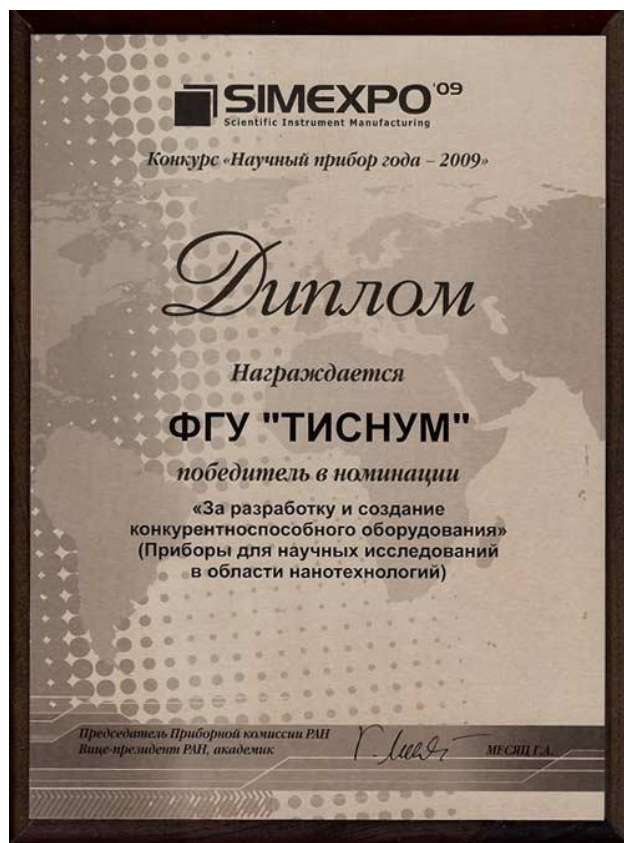
Зарегистрированные средства измерения.

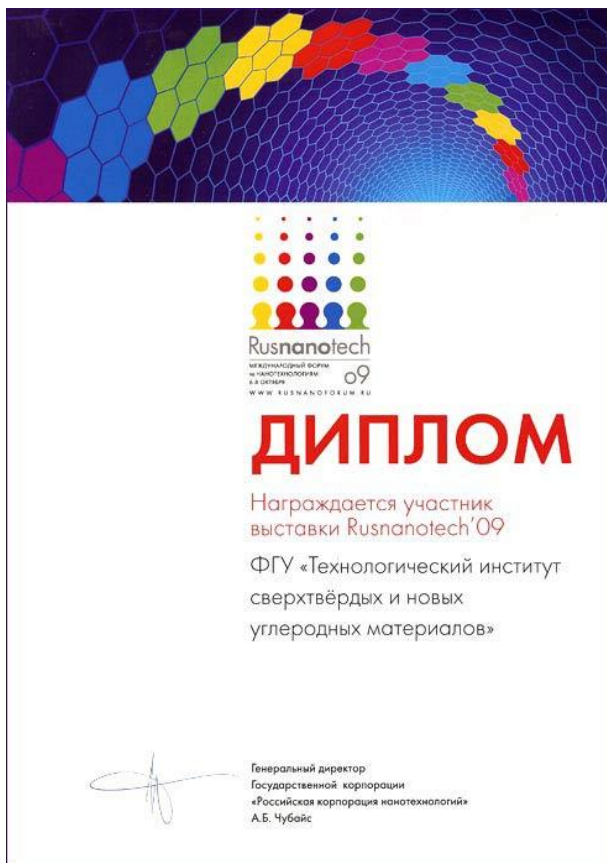
СЗМ «НаноСкан-3Д» номер государственного реестра 41675-09. Свидетельство до 4.12.2019
Нанотвердомер «НаноСкан-4D» номер государственного реестра 65496-16. Свидетельство до 27.10.2021

Награды.

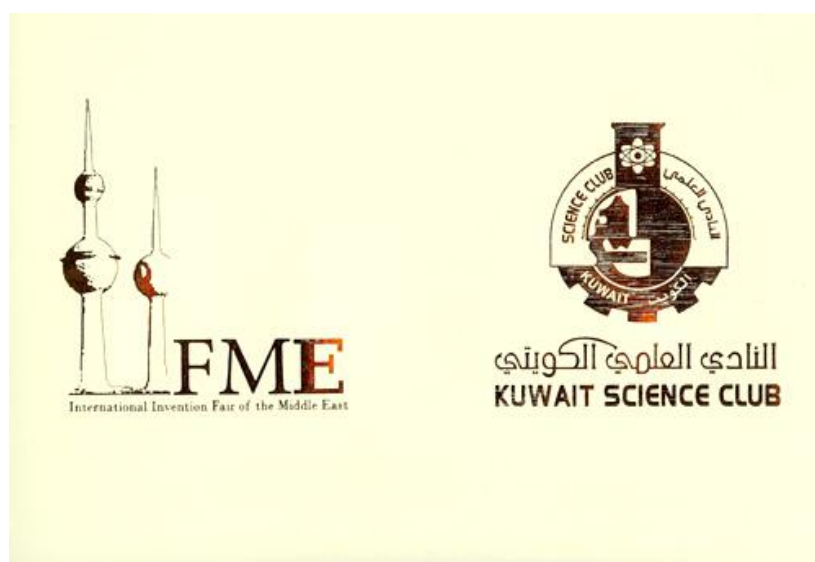
DIPLÔME











The Organizing Committee of
The 3rd International Invention Fair of the Middle East
 hosted by **The Kuwait Science Club**
 from the 7th - 9th of November 2010 under the patronage of

His Highness the Amir
Sheikh Sabah Al-Ahmad Al-Jaber Al-Sabah
 hereby awards to

Mr. Blank Vladimir

for the display of
Scanning Nano-hardness test of (NanoScan)series


 Eyad Jassim Al-Khatiri
 Head of Higher Organizing Committee





