

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»

Автореферат

Диссертации на соискание ученой степени доктора физико-математических наук

Автор



Москва 2017

Работа выполнена в
Федеральном государственном бюджетном научном учреждении
Министерства образования и науки Российской Федерации
«Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов»

Официальные оппоненты:

Глезер Александр Маркович, доктор физико-математических наук, профессор, ведущий научный сотрудник Кафедры физического материаловедения» «Института новых материалов и нанотехнологий», НИТУ «МИСиС».

Голубок Александр Олегович, доктор физико-математических наук, профессор, заместитель директора по научной работе
Федерального государственного бюджетного учреждения науки
«Институт аналитического приборостроения Российской академии наук».

Страумал Борис Борисович, доктор физико-математических наук, профессор, заведующий лабораторией поверхностей раздела в металлах
Федерального государственного бюджетного учреждения науки
«Институт физики твердого тела Российской академии наук».

Ведущая организация:

Акционерное общество «Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности «Гиредмет».

Защита диссертации состоится 26 октября 2017 года в 15 час. 30 мин.
на заседании диссертационного совета Д 212.132.08 при Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего профессионального образования
«Национальный исследовательский технологический университет НИТУ «МИСиС».

по адресу: 119049, г. Москва, Ленинский проспект, дом 6, строение 2, аудитория А-305.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке
НИТУ МИСиС и на сайте <http://www.misis.ru>.

Автореферат разослан «___» _____ 2017 года.

Ученый секретарь диссертационного совета:

проф. д.ф.-м.н.



С.И. Мухин.

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 основные 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 девять 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 поверхностных 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 (НЖК). 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 завершенной 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 научным 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 индентационного 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 (твердость 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 также 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. Были проведены 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

твёрдость, индентационный 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 твёрдого острия зонда с поверхностью.

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

- предложены физические принципы построения и разработаны конструкция сканирующего нанотвёрдомера 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 твёрдого 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 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 также минимизации влияния тепловых и прочих шумов на результаты измерений.

Характерной чертой 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 полученные аналитическим путем результаты.

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 заостренным 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 измерения 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 этих подходов результатов описан в «Приложениях А и Б» к диссертационной работе.

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 исследования были разработаны методики выполнения измерений и приборы, зарегистрированные в Государственном Реестре РФ («Приложение В» к диссертации). 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 и Государственного первичного эталона твердости по шкалам Мартенса, ГЭТ 211-2014.

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 влияние 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 также 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 и Государственного первичного эталона ГЭТ 211-2014. 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, девять 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, тонких функциональных покрытий и поверхностно упрочненных изделий.

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 и ГЭТ 211-2014.

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-технологического 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 nanoиндустрии 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).

Также 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 схмотехнические 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.

Казиева Т. В. разработала трехординатный гетеродинный лазерный интерферометр, сопряженный с гибридным резонансным зондом, и провела исследование характеристик созданного в результате метрологического СЗМ «НаноСкан 3Di».

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 научных работ проиндексировано 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 трехординатного 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, используемых 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 (100-10 000) 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 индентационного 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 контролем 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 исследуемой 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, позволило учесть характерные для пьзокерамики эффекты ползучести и гистерезиса и, благодаря использованию трехкоординатного нанопозиционера, привело к реализации режима 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.

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 также многослойных функциональных покрытий, широко используемых в современном машиностроении. Актуально будет применение такого рода приборов и при контроле характеристик сложных изделий, изготавливаемых методами аддитивного производства.

Комплексный характер осуществляемых приборами «НаноСкан» измерений и широкий круг поддерживаемых методик потребовал обширного и всестороннего рассмотрения всех физических процессов, происходящих во время измерения и сканирования с использованием гибридных резонансных датчиков, что и составило основное содержание данного исследования.

Содержание диссертационной работы

Диссертационная работа состоит из введения, семи глав, заключения и трех приложений. Она содержит 315 страниц текста, 145 рисунков и список использованной литературы из 175 наименований.

Во введении обоснована актуальность и научная значимость исследования, сформулированы основные цели и задачи, отмечен личный вклад соискателя и роль соавторов. Приведены факты, подтверждающие практическую значимость и завершенность проделанного исследования, продемонстрировано соответствие темы диссертации паспорту специальности, сформулированы положения, выносимые на защиту, и освещена публикационная активность соискателя. Кратко описано место проведенных исследований в современном естествознании.

В первой главе дан обзор необходимых для дальнейшего анализа физических подходов и имеющихся экспериментальных данных. Рассмотрены «Основные модели, описывающие взаимодействия острия зонда с поверхностью», ставшие фундаментом для проделанной работы. Представленные материалы позволили сформировать реалистичные модели, описывающие различные варианты взаимодействия острия индентора, закрепленного на осциллирующем зонде, с исследуемой поверхностью и указали оптимальные пути дальнейшего исследования.

Во второй главе рассмотрен ряд технических вопросов, связанных с использованием гибридных резонансных зондов, и обсуждены «Основные подходы к конструированию сканирующих нанотвердомеров». Обзор основных конструкций современных приборов, предназначенных для осуществления инструментального индентирования, позволил критически подойти к базовой конструкции приборов семейства «НаноСкан» и максимально полно реализовать потенциальные возможности гибридных резонансных датчиков в области сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентирования. В этой же главе дано краткое описание приборов семейства «НаноСкан» и пояснены физические принципы, лежащие в основе их работы, и логика развития этой отрасли научного приборостроения.

Третья глава посвящена рассмотрению особенностей и преимуществ автоколебательного режима возбуждения колебаний резонансного зонда. В ней проведен «Анализ автогенераторного тракта и принципов измерения параметров колебаний зонда в приборах «НаноСкан». Проанализированы резонансные и электромеханические характеристики зонда камертонной конструкции, рисунок 1 [1-4, 24, 25].

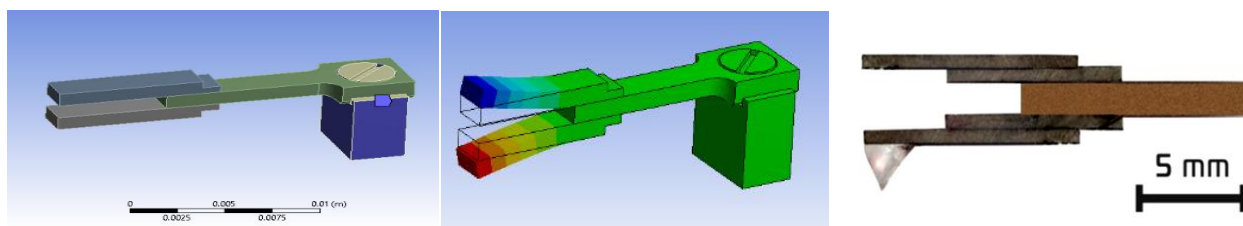


Рисунок 1. Габаритный чертеж, рабочая мода колебаний и внешний вид одной из конструкций резонансного зонда с закрепленным на нем алмазным индентором.

Кроме того, в данной главе дано краткое описание конструктивных особенностей приборов семейства «НаноСкан» и приведено техническое описание его основных функциональных узлов, рисунок 2.

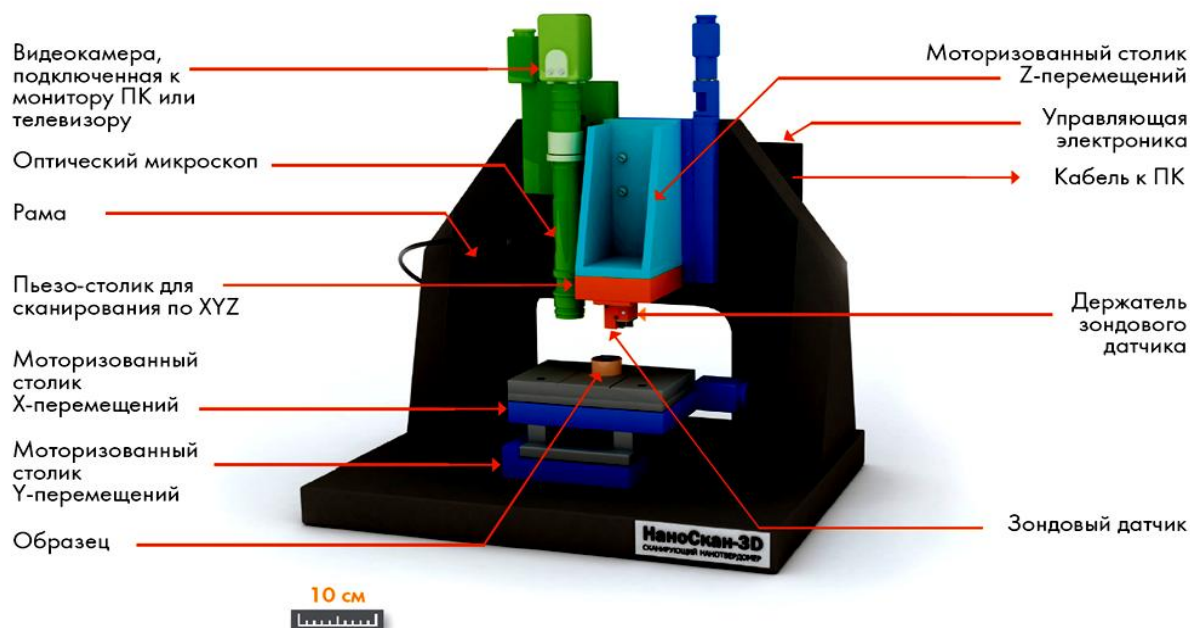


Рисунок 2. Схематическое изображение типичной конфигурации прибора, на котором осуществлялась экспериментальная проверка большинства из представленных в данной диссертационной работе аналитических результатов.

Обсуждение конструктивных особенностей и технических возможностей проиллюстрировано рядом изображений, полученных с использованием данного прибора. Одна из ярких иллюстраций функции совмещения в одном устройстве опций склерометрии и зондового сканирования представлена на рисунке 3.

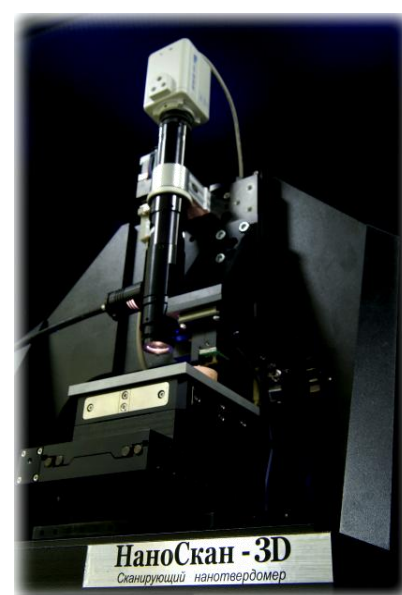
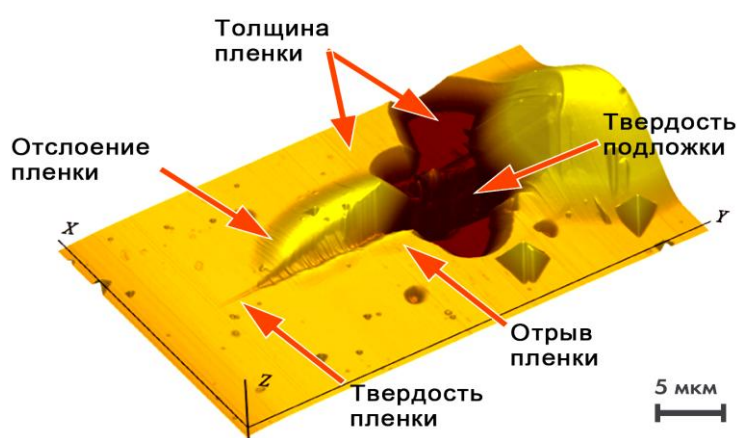


Рисунок 3. Пример разрушения твердой алмазоподобной пленки на кремниевой подложке и общий вид базовой модели прибора «НаноСкан».

Основной задачей, решаемой в данной главе, был анализ работы конкретного пьезорезонансного зонда камертонной конструкции в составе типичного радиоэлектронного блока, используемого в приборах семейства «НаноСкан». Проведенный анализ позволил решить задачу оптимизации режимов работы пьезокерамических камертонных зондов и указал на пути дальнейшего совершенствования таких зондов и электроники, обеспечивающей их функционирование в автоколебательном режиме.

Была подтверждена зависимость быстродействия автоколебательного режима возбуждения от уровня ограничения в тракте положительной обратной связи. При этом показано, что уровень возбуждения влияет в основном на скорость реагирования амплитудного канала регулирования. Измерительный канал, регистрирующий частоту собственных колебаний зонда, менее подвержен влиянию уровня ограничения и реагирует на изменение условий колебаний и привнесенную область контакта жесткость практически мгновенно, за временной интервал, соответствующий одному периоду резонансных колебаний зонда.

Для ряда режимов взаимодействия острия индентора с поверхностью (включая контактный и полуконтактный) получены аналитические зависимости, связывающие амплитуду установившихся колебаний с привносимыми областью контакта потерями. Аналогичные зависимости получены и для связи сдвига частоты автоколебаний с жесткостью, привнесенной областью контакта. Пример такого рода зависимости для амплитуды автоколебаний, как функции привнесенных за период потерь, приведен на рисунке 4.

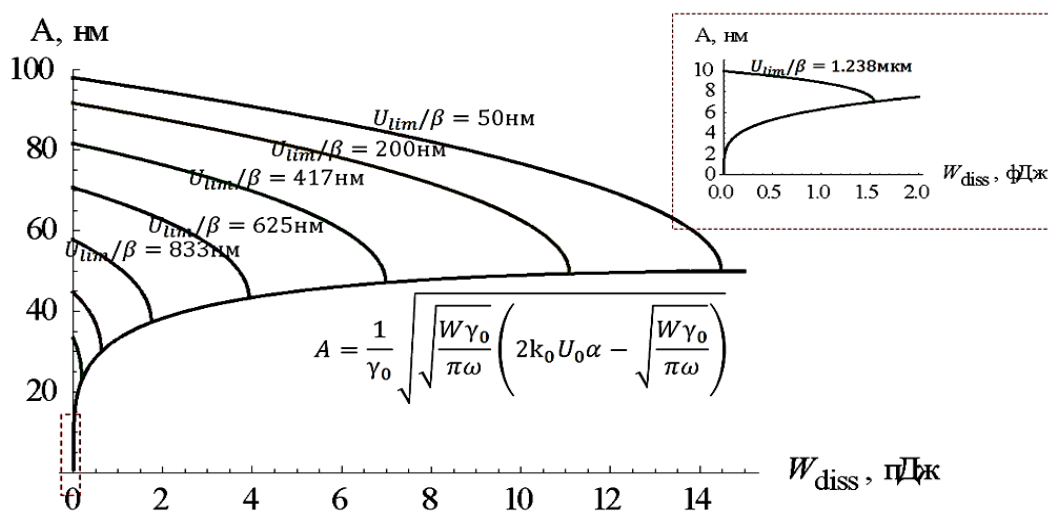


Рисунок 4. Зависимость амплитуды колебаний от привнесенных потерь W_{diss}

Для конкретного вида функции ограничения, используемой в тракте автогенератора, получены укороченные уравнения, описывающие стационарный режим возбуждения в условиях присутствия консервативных и диссипативных сил в области взаимодействия осциллирующего острия зонда с поверхностью.

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

где A – амплитуда колебаний зонда, k_0 , m и γ_0 – эффективные значения жесткости, массы и коэффициента демпфирования зонда, выражающиеся через размеры зонда и параметры пьезокерамического материала, ω – круговая частота колебаний, U_{lim} и U_0 – параметры ограничителя автогенераторного тракта, K – коэффициент усиления тракта обратной связи, параметры α и β – функции пьезокерамических коэффициентов, геометрических размеров и упругих свойств материала зонда, а также места закрепления индентора. Символами $Fc(F)$ и $Fs(F)$ обозначены амплитуды разложения силы F в ряд Фурье, соответствующие квадратурной и синфазной составляющим силы на основной частоте колебаний зонда.

Получено уравнение для зависимости амплитуды колебаний A от α и β , включающее в себя параметры цепи обратной связи и пьезокерамического биморфного элемента:

$$A = 2 \frac{\alpha U_0 K}{\omega_0(\gamma_0 - \alpha\beta R_1 K c_{lim})} \sqrt{1 + \frac{U_{lim}}{U_0} \frac{\alpha\beta R_1 K c_{lim} - \gamma_0}{\alpha\beta R_1 K}}.$$

Экспериментальная проверка данного соотношения подтвердила правильность полученных зависимостей. В данной главе проведен теоретический и экспериментальный анализ фундаментальных шумов, свойственных автогенераторному способу возбуждения колебаний, и определена ширина спектральной линии автогенерации при типичных уровнях шума и амплитудах колебания пьезорезонансного зонда камертонной конструкции с трансимпедансным предусилительным каскадом. Показано, что технические уходы являются доминирующими на данном этапе развития электронного обеспечения приборов «НаноСкан». Тепловые шумы электроники и дробовые шумы света на сегодня не ограничивают метрологические возможности приборов с гибридным резонансным датчиком, используемым в составе автогенераторной схемы контроля его механических характеристик [18-20].

В четвертой главе проведен анализ физических процессов, происходящих в области контакта осциллирующего острия индентора с исследуемым материалом. Предложены «Модели, описывающие изменение частоты колебаний зонда в процессе подвода острия индентора к поверхности». Рассмотрение взаимодействия двух тел невозможно без использования информации о форме тел в непосредственной близости от области контакта. Представление об общем виде острий, используемых при наноиндентировании, можно получить из рисунка 5, где один из инденторов является пробным телом, а второй, закрепленный на зонде, рабочим острием [8-13].

Детальное АСМ исследование ряда инденторов с различным сроком эксплуатации привело к формированию двух рабочих моделей формы кончика индентора – в виде вписанной

сферы для поработавших и затупившихся инденторов и в виде конуса со срезанной вершинкой для новых и еще не сточившихся инденторов.

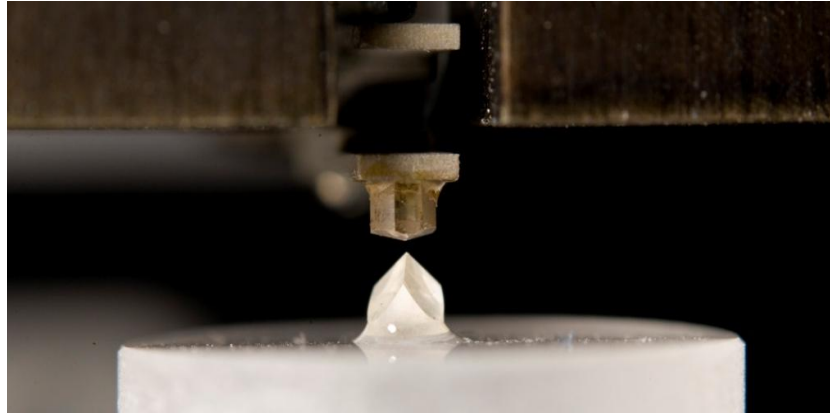


Рисунок 5. Пирамидка типа Берковича, закрепленная на пьезорезонансном зонде, рядом с индентором в виде угла куба.

Для обеих моделей получены аналитические зависимости, устанавливающие взаимосвязь величины привнесенной жесткости, силы прижима и амплитуды осцилляций с такими механическими характеристиками исследуемого материала как твердость и индентационный модуль упругости. Зависимости получены как для контактного, так и для полуконтактного режима взаимодействия. Ниже, рисунок 6, приведены графики, говорящие о виде предельных аппроксимаций и демонстрирующие хорошее совпадение расчетов и реальных измерений.

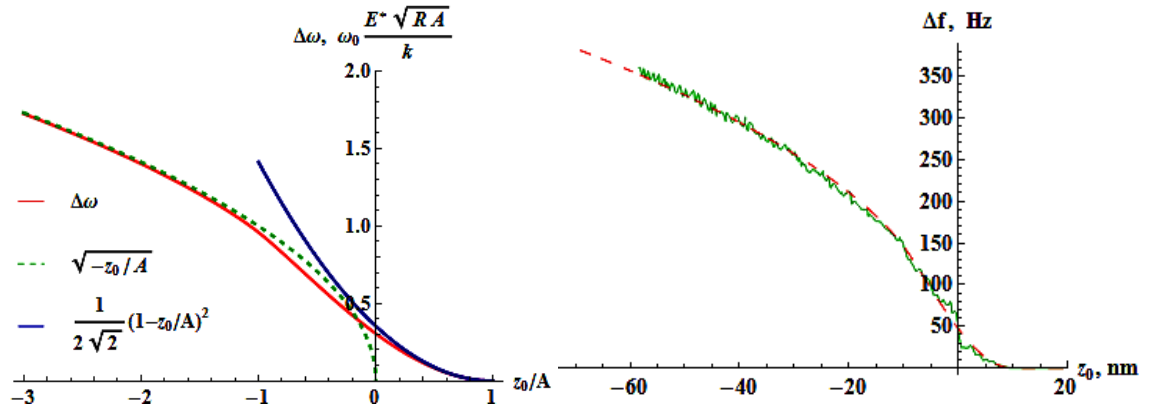


Рисунок 6. Аппроксимирующие зависимости (слева). Экспериментальная – сплошная волнистая линия и теоретическая – пунктир, зависимости сдвига резонансной частоты при внедрении острия осциллирующего зонда в образец плавленого кварца (справа).

В предельных случаях: на начальном участке кривой подвода ($\xi = z_0/A \lesssim 1$) и для больших углублений ($-\xi \gg 1$), для сдвига частоты и среднего значения силы имеют место приближенные равенства:

$$\frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1 = \begin{cases} \frac{(1 - z_0/A)^2 E^* \sqrt{AR}}{\sqrt{2} k_0} \left(1 - \frac{1 - z_0/A}{8}\right); & z_0/A \lesssim 1, \\ \frac{2E^* \sqrt{R} \sqrt{-z_0}}{k_0} \left(1 - \frac{z_0^2}{32A^2}\right); & -z_0/A \gg 1, \end{cases}$$

$$F_a = \begin{cases} \frac{E^* \sqrt{R} A^{3/2} \left(1 - \frac{z_0}{A}\right)^2}{2\sqrt{2}} \left(1 + \frac{1 - \frac{z_0}{A}}{24}\right); & z_0/A \lesssim 1, \\ \frac{4}{3} E^* \sqrt{R} (-z_0)^{3/2} \left(1 + \frac{3}{16} \frac{A^2}{z_0^2}\right); & -\frac{z_0}{A} \gg 1. \end{cases}$$

Из приведенных соотношений видно, что зависимости сдвига частоты и силы на кривой подвода не дублируют друг друга и существует решение совместной системы уравнений, позволяющее на основе измеряемых величин сдвига резонансной частоты и средней силы определить значение локального модуля Юнга исследуемого материала. Эти уравнения выведены для индентора со сферическим кончиком, аналогичные соотношения получены для острия индентора в форме конуса с усеченной вершинкой. Текущую форму индентора можно определить, используя тестовый материал, например, образец плавленого кварца.

Проведенный анализ позволил усовершенствовать существовавшую ранее методику измерения модуля Юнга методом кривых подвода и развить ее до уровня, при котором возможно картографирование индентационного модуля упругости во время сканирования формы исследуемой поверхности материала. Расширение предложенного подхода на усилия прижима, приводящие к пластической деформации, привело к разработке новой методики измерения твердости методом кривых подвода. В результате предложенной обработки данных во время сканирования формы исследуемой поверхности материала стало возможно картографирование приведенной индентационной твердости (H/E^2). Полученное выражение для определения приведенной твердости имеет следующий вид:

$$\frac{H}{E^{*2}} = \frac{F_a}{\pi} \left(\frac{1}{k_0} \frac{f_0}{\Delta f} \right)^2.$$

При снятии единичной кривой подвода в заданной точке получается график зависимости H/E^2 от глубины погружения острия индентора, рисунок 7. По виду данной зависимости можно определить условия применимости предложенного подхода и зафиксировать аномалии в зависимости измеряемой твердости от глубины.

В данной главе, как во всей диссертации, речь идет о твердости, измеряемой методом инструментального индентирования в соответствии с ISO14577-1:2002 и ГОСТ Р 8.748-2011. Данный метод измерения твердости позволил развить подходы, при которых стало возможно измерение твердости отдельных элементов структуры гетерогенных материалов и анализ межзеренных границ в металлах и материалах, изготовленных по аддитивным технологиям.

В ходе исследований были получены аналитические зависимости, устанавливающие связь 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. 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.

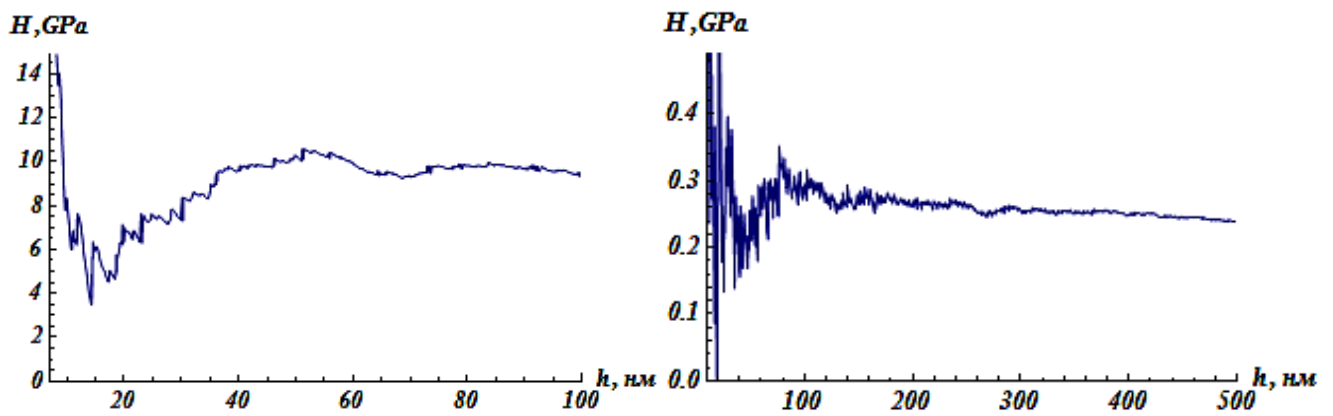


Рисунок 7. Зависимости твердости от глубины для плавленого кварца и ПММА.

Установлено, что при достаточно высоком уровне прижима острия к поверхности в колебательном режиме работы возможно измерение приведенного значения индентационной твердости материала, то есть количественное определение твердости при известном значении модуля упругости материала [17-20].

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. Существенной особенностью предложенного метода измерения индентационной твердости является не критичность алгоритма обработки данных к детальной форме кончика индентора и использование для расчета твердости и модуля упругости Юнга только легко измеряемых величин, фиксируемых электроникой прибора.

Пятая глава посвящена рассмотрению электрических измерений с использованием сканирующих наноинденторов. Был проведен «Анализ возможности измерения удельной локальной электропроводности материала с помощью гибридного пьезорезонансного зонда с токопроводящим индентором». Продемонстрировано наличие инвариантных по отношению к глубине погружения или силе прижима функциональных соотношений, позволяющих связать измеряемые величины (силу прижима, ток и сдвиг резонансной частоты зонда) с локальным значением электропроводности исследуемого материала и токопроводящего индентора [10, 15].

В дополнение к ранее известным зависимостям для омического контакта индентора и образца (в случае упругого и пластического взаимодействия), использующим данные о радиусе кривизны кончика токопроводящего индентора и усилие его прижима к поверхности:

$$F_{el} \frac{U^3}{I^3} = \frac{1}{6} \frac{E^*}{R} (\rho_1 + \rho_2)^3 \quad \text{и} \quad F_{pl} \frac{U^2}{I^2} = \frac{\pi H}{4} (\rho_1 + \rho_2)^2,$$

где F_{el} и F_{pl} – силы для упругого и пластического взаимодействия образца с индентором, U и I – значения приложенного напряжения и среднего за период протекающего тока, R – радиус кривизны индентора, E^* и H – приведенный модуль упругости и индентационная твердость

исследуемого материала, ρ_1 и ρ_2 – удельные сопротивления материала и индентора, были получены новые соотношения, не требующие информации о форме острия.

То есть для случая развитой пластической деформации и достаточно больших усилий прижима токопроводящего индентора к поверхности в методе инструментального индентирования удастся исключить из конечных уравнений детальную информацию о форме кончика индентора и связать между собой твердость, силу прижима и величину локального удельного сопротивления. При использовании гибридного резонансного датчика подобное исключение можно осуществить и для чисто упругого взаимодействия индентора с поверхностью, то есть для существенно меньших усилий прижима, а значит и более высокого пространственного разрешения при измерении электрических свойств тестируемых материалов.

Для рассматриваемого случая были получены зависимости, связывающие сдвиг резонансной частоты, силу прижима и сопротивление контактной области с измеряемыми величинами, и не содержащие такой трудноопределимой величины, как радиус кривизны кончика индентора:

$$F_a = h \left(\frac{I_a \rho_1 + \rho_2}{U} E^* + \frac{A^2}{h^2} \left(\frac{5}{6} k_0 \left(1 - \frac{f_0^2}{f^2} \right) - \frac{I_a \rho_1 + \rho_2}{U} E^* \right) \right),$$

где f и f_0 – резонансные частоты колебаний зонда при контакте с поверхностью и в свободном состоянии, h – глубина индентирования.

Примеры измерения электропроводности образцов приведены на рисунках 8 и 9.

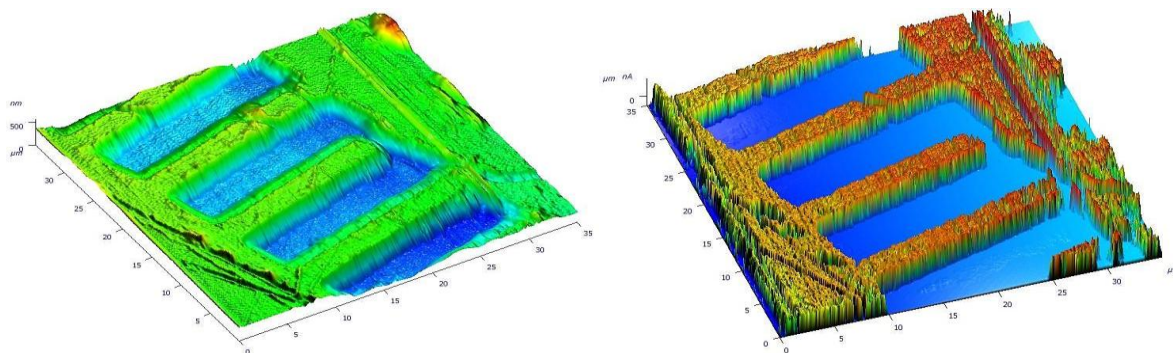


Рисунок 8. Изображение топографии (слева) и сопротивления растекания (справа) для фигурной пленки золота на кремниевой подложке.

Описанные в данной главе инвариантные по отношению к глубине погружения острия зонда в поверхность соотношения увязывают легко измеряемые физические величины и позволяют исключить из формул, связывающих между собой удельную электропроводность и другие физические величины, такую неопределенную и видоизменяющуюся в ходе работы прибора характеристику, как форма острия токопроводящего индентора и площадь контакта.

Основной проблемой для токовых измерений является обеспечение омического контакта между острием индентора и исследуемым материалом. Это условие, естественно, ограничивает область применимости предложенного подхода к измерению электропроводности.

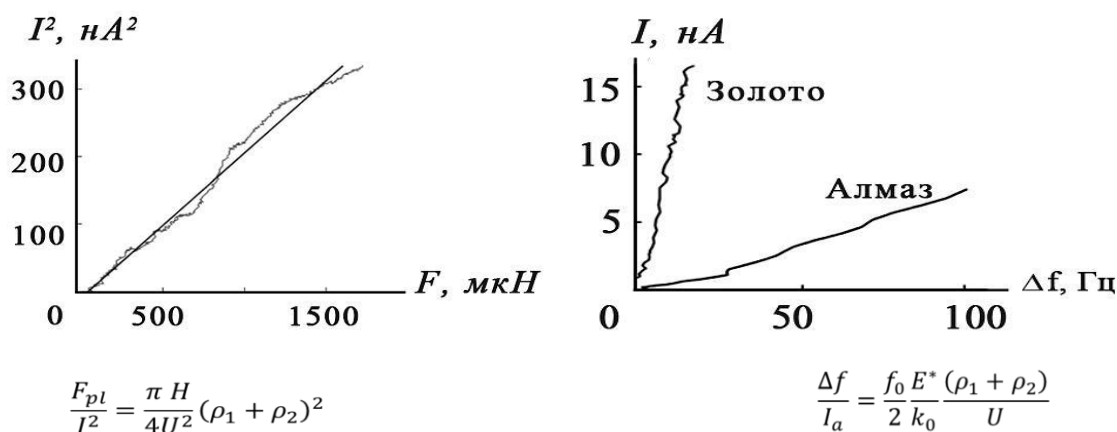


Рисунок 9. Линейные зависимости, подтверждающие наличие инвариантных по отношению к глубине внедрения комбинаций измеряемых величин.

Предложенный метод расширяет метрологические возможности традиционного четырехточечного метода измерения удельной электропроводности и позволяет, за счет резонансного способа контроля площади контакта, связать величину контактного сопротивления с удельными электрическими характеристиками материала. При этом в качестве априорной информации об исследуемом материале используются данные о модуле Юнга материала, которые могут быть получены путем измерений с использованием того же гибридного пьезокерамического зонда, и резонансные характеристики зонда.

Данный подход строго следует базовым положениям метода инструментального индентирования и открывает возможность для исследования не только механических, но и электрических свойств гетерогенных материалов с субмикронным пространственным разрешением. Представленные в данной главе результаты были получены с использованием склерометрического модуля, входящего в состав зондовой нанолaborатории «Интегра-Прима». Использовался стандартный пьезокерамический зонд камертонной конструкции с индентором в форме пирамиды Берковича, изготовленной из легированного бором синтетического алмаза, выращенного в ФГБНУ ТИСНУМ.

В шестой главе рассмотрены диссипативные процессы, происходящие в области контакта острия индентора с поверхностью, и проведен «Анализ физических явлений, влияющих на амплитуду колебаний зонда». Рассмотрено несколько физических механизмов диссипации энергии в области контакта: вязкие потери в слое жидкости, пластическая деформация образца, вязкоупругое взаимодействие и капиллярные эффекты. Так же было проанализировано влияние параметров электронного тракта, то есть схемы автогенератора, на амплитуду установившихся колебаний при изменении резонансной частоты зонда вследствие упругого контакта острия с поверхностью [15-18].

Важным представляется результат оценки вязких потерь, возникающих в области контакта осциллирующего острия в присутствии слоя несжимаемой вязкой жидкости на поверхности образца. Получено аналитическое выражение для энергии, теряемой в слое

жидкости за период одного колебания острия. Были рассмотрены два типичных случая – острие в виде цилиндра с закругленным кончиком (*a*) и в виде полусферы (*b*). В обоих случаях были получены аналитические выражения, дающие конечную величину диссипируемой энергии при условии мягкого (с нулевой скоростью) касания острия индентора с поверхностью:

$$W_a = \frac{3\mu\pi^2 A \omega}{2\kappa^2}, \quad \text{и} \quad W_b = \frac{3\mu\pi^2 A \omega}{2\kappa^2} \left(\frac{1}{2} \frac{A^2}{h_0^2} + \frac{A}{h_0} + 1 \right),$$

где $\kappa = 1/R$ и R – радиус кривизны острия индентора, A – амплитуда колебаний, h_0 – расстояние до поверхности, ω – частота колебаний, μ – вязкость жидкости. В случае удара сталкивающихся тел в условиях наличия между ними слоя вязкой жидкости, согласно приближению Рейнольдса для несжимаемой жидкости, сила и совершаемая ею работа уходят в бесконечность, то есть сколь угодно тонкий слой жидкости с произвольной вязкостью может загасить резонансные колебания зонда с конечной амплитудой. Естественно, что этот аналитический результат с уходом в бесконечность диссипируемой энергии некорректен, поскольку не учитывает сжимаемость жидкости и упругость образца. Поэтому конечность диссипируемой энергии при мягком контакте очень важна. Полученные соотношения позволяют оценить снизу величину потерь, связанную с наличием слоя жидкости на поверхности образца. Реальные потери при контакте будут заведомо больше тех, что дают приведенные формулы. На рисунке 10 представлено рассчитанное для мягкого контакта влияние вязкого слоя как функция вязкости слоя жидкости, находящегося на поверхности образца, и график вязкой силы как функция времени.

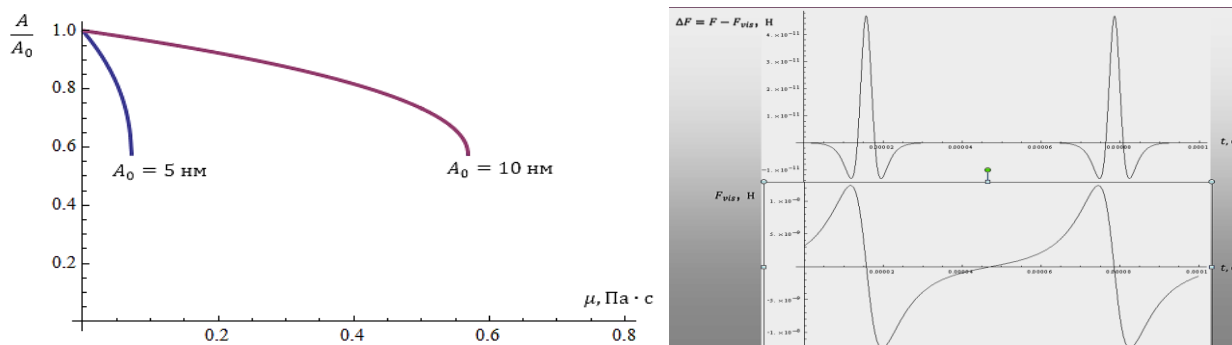


Рисунок 10. Зависимость амплитуды автоколебаний, как функция вязкости слоя (слева), вязкая сила и расстояние от острия до поверхности, как функции времени (справа).

Для проверки полученных оценок была проведена серия экспериментальных исследований с жидкостями различной вязкости и зондами, оснащенными инденторами с существенно отличающимися радиусами кривизны их кончиков. Полученные данные подтвердили значимость вязких потерь при наличии на поверхности слоя вязкого вещества. 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 резонансного 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.

Для режима работы, при котором наблюдается пластическая деформация исследуемого материала, получена оценка энергии, теряемой резонансным зондом за один период колебаний (в формуле использованы те же обозначения что и раньше):

$$W_{diss} \approx \int_h^{h+A} F(h')dh' = 24.5 H h^2 A.$$

Проведенные расчеты показали, что наиболее значимыми для используемого в приборах «НаноСкан» пьезокерамического зонда являются вязкие потери (при наличии жидкости) и пластическая деформация в области контакта. Полученные аналитические выражения позволяют оценить вклад данных механизмов в уменьшение амплитуды колебаний и добротности зонда. Иллюстрация слабого влияния вязкоупругих свойств материала и видимые в электронный микроскоп следы сканирования, подтверждающие наличие пластической деформации, представлены на рисунке 10.

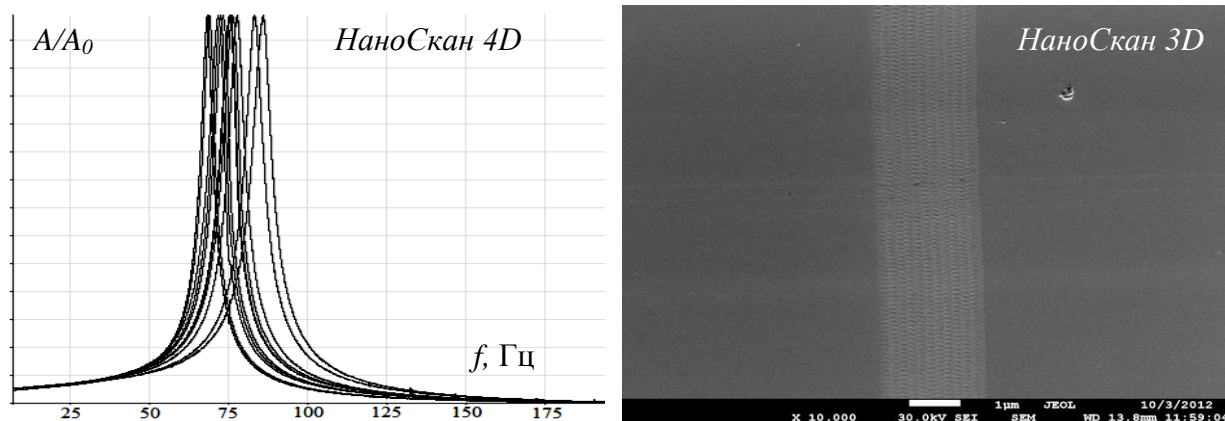


Рисунок 11. Нормированная зависимость амплитуды от частоты возбуждения при различных уровнях прижима индентора к твердому силикону (слева). Изображение поверхности после ее частичного сканирования с амплитудой колебаний 100 нм и сдвигом частоты 10 Гц, получено с использованием электронного микроскопа JSM 7001F (справа).

Наблюдаемые экспериментально потери механической энергии в области контакта осциллирующего острия индентора с поверхностью на данный момент не используются 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. Данная процедура легко осуществима благодаря непрерывному контролю амплитуды колебаний с помощью амплитудного детектора, входящего в состав схемы электронного обеспечения автоколебаний.

В седьмой заключительной главе диссертации представлены результаты экспериментальной проверки предложенных физических моделей и подтверждена практическая реализуемость этих методик на приборах семейства «НаноСкан». Она посвящена доказательству возможности «Построение карт механических свойств поверхности методом сканирования» с использованием гибридного резонансного датчика, работающего в автогенераторном режиме возбуждения [5-9, 14-23].

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 допустимые сдвиги резонансной частоты зонда, не приводящие к разрушению поверхностного слоя материала при сканировании. Получено аналитическое выражение, позволяющее оценить степень мягкости сканирования для выбранных параметров зонда, исследуемого материала и режима возбуждения:

$$\frac{\Delta f}{f_0} < F(\nu) \frac{\pi^4}{32\sqrt{2}} \frac{R^{\frac{5}{2}}}{k_0 A^{\frac{3}{2}}} \frac{H^4}{E^{*3}},$$

где, в дополнение к определенным выше обозначениям, введена функция $F(\nu)$, зависящая от коэффициента Пуассона материала и критерия наличия пластической деформации. Для плавленого кварца ($\nu = 0.3$, $E^* = 70$ ГПа) $F=0.12$, если считать недопустимым появление пластической деформации даже в глубине материала, и $F=1$, если критерием наличия пластики является ее выход на поверхность.

Оценка допустимого сдвига по частоте для типичных инденторов и зондов при работе с плавленным кварцем приводит к условию $\Delta f/f_0 < 10^{-4}-10^{-3}$ для указанных критериев пластической деформации. Данный результат, являясь важным при сканировании резонансными зондами, 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, но 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 осям лучше 0,1 нм, при сканировании образцов не должен вызывать разрушения и прогиб поверхности в области взаимодействия зондирующего острия с тестовой структурой, превышающей по высоте 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 TGZ 3 с алмазным индентором представлены на рисунке 12.

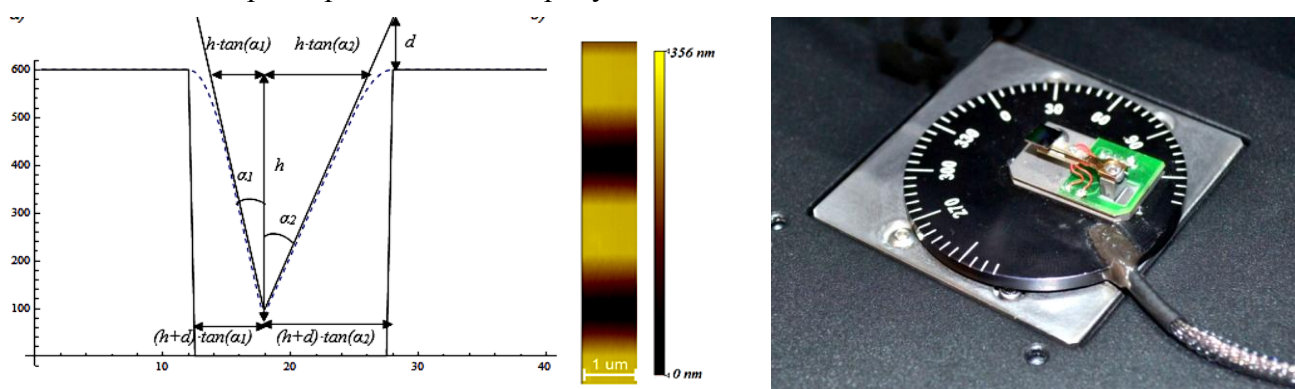


Рисунок 12. Схема измеряемого профиля при сканировании решетки TGZ 3 (слева) и зонд с тестовой структурой, расположенный на поворотном диске (справа), ГЭТ 211-2014.

Результаты, полученные с использованием метрологических микроскопов, приведены в публикациях [14, 16, 19-23]. 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 13.

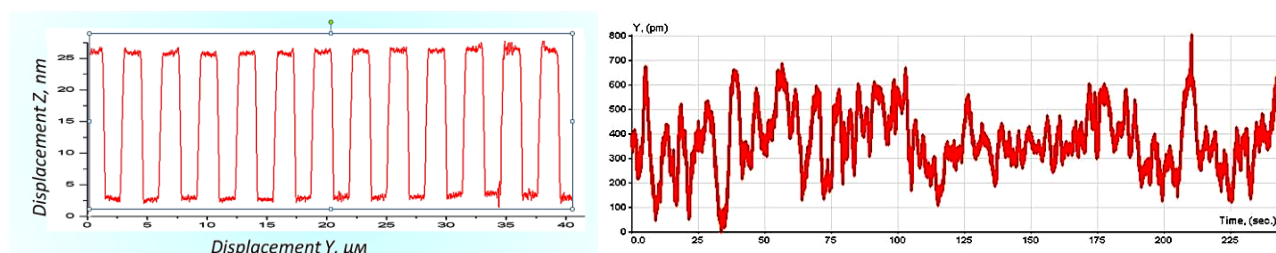


Рисунок 13. Профиль меры TGZ01 (18 нм), измеренный с помощью НаноСкан-3Di (слева), и запись шумового сигнала Z канала интерферометра длительностью 240 с: $Rms = 0.12$ нм.

С использованием метрологического АСМ было проведено исследование семейства тестовых структур, предназначенных для калибровки АСМ и прошедших сертификацию в РТВ (Германия). Работа проводилась во ВНИИМС на разработанном ФГБНУ ТИСНУМ совместно с НИЯУ МИФИ приборе «НаноСкан 3Di». Полученные результаты с учетом неопределенности совпали с данными РТВ и продемонстрировали высокие метрологические характеристики прибора в плане систематических и случайных ошибок при измерении высоты и периода наноразмерных структур. Случайный разброс измеренных высот был на уровне (0,2-0,9) нм для разных типов решеток, систематическая составляющая неопределенности результата не превысила 0,5 нм [14, 16]. В данной главе диссертации приведены примеры измерения индентационного модуля упругости и твердости методом многопараметрического сканирования, когда фиксируется целый спектр физических величин. Ниже приведен пример такого рода измерений: карта модуля Юнга и твердости тестовой решетки TGZ 2, рисунок 14.

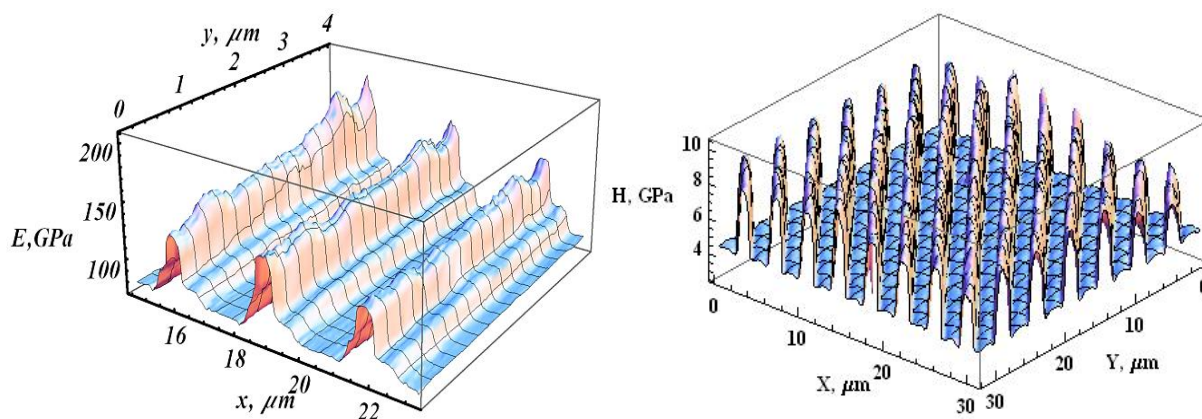


Рисунок 14. Карта модуля Юнга (слева) и твердости (справа), полученные в ходе сканирования TGZ 2. Твердость измерялась при амплитуде колебаний 10 нм и сдвиге резонансной частоты 300 Гц, модуль Юнга при амплитуде 5 нм и сдвиге частоты 60 Гц.

Исследование целого ряда гетерогенных и многослойных структур надежно подтвердило возможность и информативность картографирования модуля упругости в процессе сканирования поверхности пьезорезонансным зондом с датчиком среднего значения силы прижима. Было проведено исследование тестовых и экспериментальных образцов высокотехнологичных изделий, представляющих интерес для разработчиков нового радиоэлектронного оборудования. Подтверждено субмикронное пространственное разрешение (не хуже 0,1 мкм) получаемых при сканировании карт механических свойств для материалов с твердостью выше 1 ГПа.

Экспериментально подтверждена возможность количественного картографирования с субмикронным разрешением приведенного значения индентационной твердости (H/E^2) исследуемого материала в процессе его сканирования и определена толщина того слоя материала, в котором происходит измерение твердости. Примеры последствий таких измерений с разрушением тонкого слоя материала тестовой решетки TGZ 2 глубиной (5-15) нм, представлены на рисунке 15.

Данная методика измерения приведенной твердости была апробирована на кварцевых волокнах, размещенных в пластиковой матрице, сверхвысокочастотном гибридном резонаторе, состоящем из алмазной подложки, двух слоев электродов (алюминий и молибден) и одного слоя пьезоэлектрика (нитрид алюминия). 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.

Представленные результаты демонстрируют возможность такого рода измерений и открывают пути для внедрения этих методик в изучение физических эффектов в гетерогенных конструкционных материалах и специфики их механических и прочностных свойств.

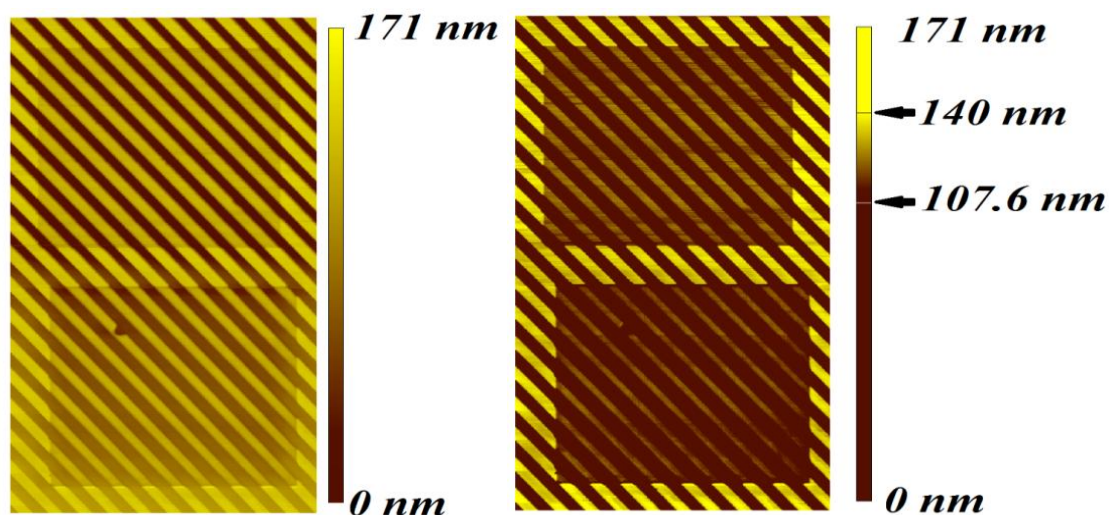


Рисунок 15. Топография структуры TGZ 2 после измерительного сканирования со сдвигом резонансной частоты 200 Гц и 300 Гц; поле сканирования 39.3 на 78.8 мкм.

Данный метода картографирования механических свойств тонких функциональных покрытий продемонстрировал высокий уровень воспроизводимости при измерении модуля Юнга, ниже приведены данные для молибденового покрытия на стекле, рисунок 16.

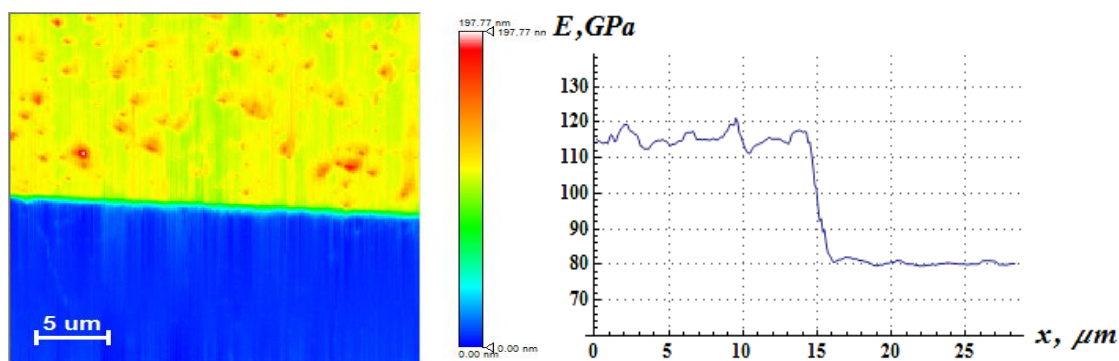


Рисунок 16. Топография границы молибденового покрытия и измеренное в процессе сканирования распределение твердости (направление профиля твердости сверху вниз).

В заключении подведен краткий итог работы, проделанной при подготовке диссертации, сформулированы основные научные и практические результаты, обоснована значимость вклада соискателя в развитие области физики конденсированного состояния и научного приборостроения, предназначенного для изучения механических, электрических и вязкоупругих свойств твердых тел, гетерогенных материалов и функциональных покрытий. Кратко повторены положения, выносимые на защиту, и обозначены направления дальнейших исследований в области изучения твердых тел гибридными резонансными датчиками.

Список литературы содержит 175 наименований.

В «Приложении А» размещен «Рекламный буклет приборов семейства «НаноСкан»».

В «Приложении Б» размещен «Список публикаций, использующих результаты, полученные на приборах семейства «НаноСкан»».

В «Приложении В» приведен перечень зарегистрированных методик измерения, поддерживаемых приборами семейства «НаноСкан», перечень приборов, внесенных в Реестр средств измерений РФ, и список наград, полученных за проведенные разработки и исследования.

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 свойствам, 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 индентационной 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 схемотехническими решениями, примененными в его электронной части, которые естественным образом определяют рамки доступных измерений, а также точность получаемых результатов. Не вдаваясь в особенности электронной схемотехники 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 однородных и гетерогенных 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 индентационного 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 индентационной 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 индентационной 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. Они могут быть использованы при изучении электропроводимости, пластической деформации и фазовых переходов в тестируемом материале.

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, расширяющих 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.

**Публикации по теме диссертации из
Scopus, Web of Science и Перечня ВАК**

1. 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 C⁶⁰ tip // J. Mater. Res. 1997. Vol. 12, № 11. P. 3109–3114.
2. 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.
3. 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.
4. 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.
5. Lapshin D.A., Reshetov V.N., Sekatskii S.K., Letokhov V.S. Contact mode near-field microscope // Ultramicroscopy. 1999. Vol. 76, № 1–2.
6. Lapshin D.A., Sekatskii S.K., Letokhov V.S., Reshetov V.N. Contact scanning near-field optical microscopy // JETP Lett. 1998. Vol. 67, № 4, C. 263-268..
7. Grudzinskaya I.S., Kosakovskaya Z.Y., Reshetov V.N., Chaban A.A. a. Elastic properties of dense nanotube layers // Acoust. Phys. 2001. Vol. 47, № 5. P. 548–551.
8. Golovinskij K.V., Reshetov V.N. The measurement of mechanical properties of surface by scanning microscopy in regime of contact dynamical scanning // Poverkh. Rentgen. Sink. i Nejtr. Issled. 2001. № 4.
9. Gogolinskij K.V., Kosakovskaya Z.Y., Reshetov V.N., Chaban A.A. Elastic and mechanical properties of films formed by dense layers of carbon nanotubes // Acoust. Phys. 2002. Vol. 48, № 6. P. 673–677.
10. Soshnikov A.I., Gogolinsky K.V., Blank V.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.
11. Useinov A., Gogolinskiy K., Reshetov V. Mutual consistency of hardness testing at micro-and nanometer scales // Int. J. Mater. Res. 2009. Vol. 100, № 7.
12. 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.
13. Fan X., Kravchuk K., Nash M., Naumenko U., Reshetov V., Rochev Y. Nanoscratch behavior of ultrathin thermoresponsive coatings // 24th European Conference on Biomaterials - Annual Conference of the European Society for Biomaterials. 2011.
14. Усеинов А.С., Гоголинский К.В., Решетов В.Н. Измерение механических свойств сверхтвердых алмазоподобных углеродных покрытий // Известия ВУЗов. Химия и химическая технология, 2011, т.54, №7, с.51.
15. 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 // Meas. Tech. 2012. Vol. 55, № 4, p. 400-405.
16. 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.

17. 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, с.337–341.
18. 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.
19. Усеинов А., Кравчук К., Маслеников И., Решетов В., Фомкина М. // Исследование прочности микрообъектов с помощью сканирующего нанотвердомера «НаноСкан», *Наноиндустрия*. 2015. № 4 (58). С. 54–61.
20. 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.
21. 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.
22. 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.
23. 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 // *Physics Procedia*. 2015. Vol. 72.
24. 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.
25. 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.
26. 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. С. 49–52
27. Маслеников И., Гладких Е., Усеинов А., Решетов В., Логинов Б. Построение объемных карт механических свойств в режиме динамического механического анализа// *Наноиндустрия* 2016. № 2 (64). С. 36–41.
28. 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.
29. Усеинов А., Решетов В., Маслеников И., Русаков А., Гладких Е., Беспалов В., Логинов Б. Исследование свойств тонких покрытий в режиме динамического механического анализа с помощью сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-4D» // *Наноиндустрия*, 2016, № 1 (63), с. 80–87.
30. 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.

Авторские свидетельства на изобретения и патенты:

1. Решетов В.Н., Усеинов А.С., Маслеников И.И., Мелекесова С.Л. Устройство для измерения механических свойств материалов. Патент на полезную модель №167852. Заявка № 2016121649 от 01 июля 2016г.

2. Решетов В.Н., Усеинов А.С., Мелекесов Э.В., Маслеников И.И. Устройство для измерения физико-механических свойств материалов. Патент на полезную модель №160682. Заявка № 2015150228 от 24 ноября 2015г.
3. 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.
4. 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.
5. 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.
6. 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.
7. 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.
8. 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 // Изобретения. Полезные модели. 2010. №21.
9. 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
10. 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.
11. 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.
12. Решетов В.Н., Гоголинский К.В. Устройство для измерения механических характеристик материалов Патент на изобретение РФ № 2108561 // Б.И. 1998. № 10.

За 25 лет работы в НИЯУ МИФИ и 5 лет в ГУ МФТИ соискатель написал четыре учебно-методических работы: одно учебное пособие «Основы сканирующей зондовой микроскопии» и три практикума: по аналоговой электронике, системе регистрации сейсмических сигналов и сканирующей зондовой микроскопии. Подготовлен УМКД по курсу «Методы и средства цифровой обработки сигналов» для студентов НИЯУ МИФИ.

У автора диссертации десятки публикаций в научно-популярных изданиях, он активно занимается популяризацией научных знаний. Ниже приведено несколько статей из журнала «Вокруг Света», три из которых близки к теме диссертации.

1. «Океан энергии», январь 2003 г.
2. «Сияние», май 2003 г.
3. «Мы их, мы новый мир построим», апрель 2003 г.
4. «Из тени в свет перелетая», сентябрь 2003 г.
5. «Орбитали зондовой микроскопии», июнь 2005 г.
6. «Звучание цифры», июль 2006 г.

7. «Нанотехнологии, или Атомы вместо гвоздей», апрель 2007 г.
8. «Сияющий кристалл», октябрь 2010 г.
9. «Реабилитация атома», апрель 2011 г.

За работы в области сканирующей зондовой микроскопии и инструментального индентирования, проведенные с использованием приборов семейства «НаноСкан», получены две молодежные премии и 14 наград на различных выставках.

Маслеников Игорь, Кравчук Константин и Русаков Алексей стали в 2016 году лауреатами премии Правительства Москвы молодым ученым:

«За разработку индентирующего модуля приборов «НаноСкан»».

Кравчук Константин получил в 2014 году Российскую молодежную премию в области наноиндустрии: «За разработку сканирующего нанотвердомера «НаноСкан-4D»».

Фотографии этих и других наград приведены в «Приложении В» к диссертации.

За время проведения исследований по тематике, связанной с использованием гибридных резонансных датчиков в сканирующей зондовой микроскопии и инструментальном индентировании, были защищены следующие кандидатские диссертации.

Кирилл Гоголинский – «Разработка методов сканирующей зондовой микроскопии для изучения механических и топологических характеристик поверхности».

Алексей Усеинов – «Измерение модуля упругости высокотемпературных полупроводниковых материалов и других твердых тел методом сканирующей силовой микроскопии».

Евгений Круглов – «Микроконтроллерная система управления сканирующим зондовым микроскопом НаноСкан».

Александр Сошников – «Методы измерения электрических свойств наноструктур с помощью полупроводникового алмазного зонда».

Сергей Усеинов – «Измерение твердости конструкционных материалов методами индентирования и склерометрии на субмикронном и нанометровом масштабах»,

Алексей Мещеряков – «Аппаратно-программные модули и методы адаптивного сканирования для быстродействующих систем управления сканирующих зондовых микроскопов».

Константин Кравчук – «Измерение трибологических свойств покрытий и композиционных материалов на субмикронном и нанометровом масштабах».

Владимир Соловьев – «Разработка метрологического обеспечения измерений геометрических и механических величин методами полуконтактной сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентирования».

Игорь Маслеников – «Физические модели работы сканирующих нанотвердомеров».

Татьяна Казиева – «Гетеродинная лазерная интерферометрия для метрологического обеспечения измерений перемещений в сканирующей зондовой микроскопии».

В 2015 году Кирилл Валерьевич Гоголинский защитил докторскую диссертацию – «Средства и методы контроля геометрических параметров и механических свойств твердых тел с микро- и нанометровым пространственным разрешением».