

**Московский физико-технический институт (государственный университет)
Технологический институт сверхтвердых и новых углеродных материалов**

На правах рукописи



Маслеников Игорь Игоревич

ФИЗИЧЕСКИЕ МОДЕЛИ РАБОТЫ СКАНИРУЮЩИХ НАНОТВЕРДОМЕРОВ

Специальность 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния»

Диссертация на соискание ученой степени кандидата
физико-математических наук

Научный руководитель:
кандидат физ.-мат. наук, доцент
Решетов Владимир Николаевич

Москва 2016

Список сокращений

АСМ:	атомно-силовой микроскоп
СЗМ:	сканирующий зондовый микроскоп
ПММА:	полиметилметакрилат
CSM:	continuous stiffness measurements
DMA:	dynamic measurements analysis
МЕМС:	микроэлектромеханические системы
JKR:	Johnson-Kendall-Roberts
DMT:	Derjaguin Muller Toporov
PZT:	lead zirconate titanate (piezoelectric ceramic material)
LVDT:	linear variable differential transformer
ППФ:	полосно-пропускающий фильтр

Оглавление

Введение.....	6
Актуальность работы	7
Стерень разработанности проблемы	8
Цели и задачи работы.....	9
Предмет и объект исследования	10
Методологическая и теоретическая база исследования	10
Научная новизна работы.....	11
Положения, выносимые на защиту.....	12
Практическая ценность работы.....	12
Соответствие диссертации паспорту специальности	13
Внедрение результатов работы	13
Достоверность и обоснованность полученных результатов	14
Апробация работы.....	14
Личный вклад автора.....	16
Вклад соавторов в работу	16
Публикации	17
Личный вклад автора.....	18
Вклад соавторов в работу	19
Глава 1 Обзор моделей контактного взаимодействия зонда с поверхностью.....	20
1.1 Упругие силы.....	20
1.2 Критерии начала пластической деформации	23
1.3 Адгезионные модели.....	25
1.4 Инструментальное индентирование: упругие и пластические деформации.....	36
1.5 Капиллярные силы.	40
1.6 Данные о толщинах слоев адсорбированной жидкости и оксидов	48

1.7	Модели, описывающие вязкое растекание жидкости под острием зонда	50
1.8	Теория и модели вязкоупругого взаимодействия	53
1.9	Упруго-пластическое столкновение тел.	58
1.10	Сдвиг частоты колебаний зонда в контакте с поверхностью.....	59
Глава 2	Принципы работы нанотвердомеров	63
2.1	Описание конструкций приборов	63
2.2	Зондовые датчики СЗМ «НаноСкан».....	69
2.3	Динамические методы измерений	72
2.3.1	Непрерывное измерение жесткости.....	72
2.3.2	Картографирование механических свойств поверхности.	74
2.4	Измерения методом ультразвукового контактного импеданса	76
Глава 3	Анализ автогенераторного тракта и принципов измерения параметров колебаний зонда в приборах «НаноСкан»	79
3.1	Численный и экспериментальный анализ камертонно-балочных конструкций.....	79
3.2	Аналитическое рассмотрение пьезокерамического биморфного зонда в составе автогенераторного тракта	83
3.3	Общее решение квазистационарного нелинейного уравнения колебаний	94
3.4	Свободные колебания зонда	99
3.5	Влияние привнесенных потерь на амплитуду колебаний зонда	101
Глава 4	Модели, объясняющие изменение частоты колебаний зонда в процессе подвода зонда к поверхности	105
4.1	Анализ экспериментальных данных о форме острия индентора	105
4.2	Взаимодействие по модели Герца. Расчеты и экспериментальная проверка.....	108
4.3	Контакт индентора в форме усеченного конуса с поверхностью. Расчеты и экспериментальная проверка.....	115
4.4	Упруго-пластическое взаимодействие с образцом. Расчеты и экспериментальная проверка.....	122
Глава 5	Электрический ток, протекающий через область контакта острия индентора с образцом	128

5.1	Электрический ток при квазистатическом контакте индентора с поверхностью	128
5.2	Электрический ток при динамическом контакте индентора с поверхностью. Расчеты и экспериментальная проверка.....	130
Глава 6	Анализ явлений, влияющие на амплитуду колебаний зонда	134
6.1	Влияние слоя вязкой жидкости, находящейся на поверхности образца. Расчет и результаты модельного эксперимента.....	134
6.2	Оценка влияния капиллярных эффектов	141
6.3	Влияние вязкоупругих свойств образца на поведение зонда. Расчет и экспериментальная проверка.....	143
6.4	Оценка потерь, обусловленных пластической деформацией образца.....	151
6.5	Падение амплитуды из-за наличия полосно-пропускающего фильтра в тракте возбуждения автоколебаний. Результаты модельных экспериментов.....	153
Глава 7	Построение карт механических свойств поверхности во время сканирования	160
7.1	Оценка сдвига резонансной частоты, при которой происходит пластическая деформация поверхности.....	160
7.2	Картографирование модуля упругости. Экспериментальное подтверждение возможности.....	165
7.3	Картографирование отношения твердости к квадрату модуля упругости. Экспериментальное исследование влияния рельефа поверхности на точность измерений. ..	170
Заключение	189
Список литературы	194

Введение

Данная диссертационная работа посвящена разработке и теоретическому обоснованию ряда экспериментальных методов изучения физических свойств однородных и гетерогенных материалов с использованием подходов свойственных сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентированию. Речь идет о картографировании локальных значений модуля упругости, твердости и электропроводности исследуемых образцов с субмикронным пространственным разрешением в ходе сканирования формы их поверхности.

Основное внимание было уделено анализу физических процессов, происходящих в области контакта зондирующего острия с исследуемой поверхностью, и взаимосвязи данных микроскопических процессов с измеряемыми макроскопическими параметрами резонансного зонда, используемого для картографирования механических и электрических свойств исследуемых материалов в ходе сканирования их топографии..

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

Такое встречное движение, однако, не привело к появлению универсального СЗМ, 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 физических задач из области контактного взаимодействия и физики конденсированного состояния.

Одним из примеров такого рода попытки совмещения в одном измерительном приборе функции сканирования с нанометровым пространственным разрешением и режима инструментального наноиндентирования являются приборы семейства «НаноСкан», разработанные и производимые в России. В 90-е годы прошлого века прибор «НаноСкан» родился как некий специфический вариант АСМ, использующий 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.

Данная диссертационная работа посвящена разработке физических моделей различных режимов работы сканирующих нанотвердомеров и оценке их предельных измерительных возможностей. При разработке моделей и их верификации в качестве рабочего инструмента рассматривались приборы семейства «НаноСкан». Именно на этих приборах проводилась экспериментальная проверка разработанных физических моделей. 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.

Прикладной задачей данной работы было расширение функциональных возможностей сканирующих нанотвердомеров и физическое обоснование правомочности ряда измерительных методик. 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.

Полученные результаты применимы к широкому классу приборов, изучающих механические свойства твердых тел контактными способами, и связаны с разработкой новых экспериментальных методов изучения физических свойств материалов.

Актуальность работы

Актуальность представленной к защите диссертации обусловлена важностью задачи изучения механических свойств наноструктурированных материалов и тонких функциональных покрытий, используемых в современном машиностроении. На момент начала данной работы отсутствовал подробный физический анализ 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 зонда и автоколебательный режим возбуждения зонда не является доминирующим при разработке

СЗМ, и он не был так подробно исследован, как классические СЗМ с кремниевыми кантилеверами.

Выбор в качестве модельной конструкции приборов «НаноСкан» не привел к ограничению общности полученных результатов, и большинство разработанных моделей применимы к любому прибору, способному измерять сдвиг резонансной частоты колебаний, среднюю силу прижима, амплитуду колебаний зондирующего острия и силу электрического тока в процессе сканирования или индентирования. Было показано, что, имея такой набор измерительной информации, возможно измерение модуля упругости и приведенного значения твердости исследуемого материала (H/E^2) прямо в ходе сканирования поверхности материала. Интересным результатом является аналитическое описание взаимосвязи величины электрического тока, протекающего через область контакта осциллирующего токопроводящего острия зонда с поверхностью, и таких измеряемых величин, как сдвига резонансной частоты и силы прижима, с удельной электропроводностью образца в области контакта. Не менее актуальны результаты анализа различных механизмов потерь, приводящих к уменьшению добротности колебательной системы зонда при его контакте с поверхностью образца.

Проведенное исследование было основано на базовых принципах физики конденсированного состояния и направлено на повышение информативности данных, получаемых в ходе сканирования поверхности исследуемого образца. Оно позволило не только повысить функциональные возможности серийных образцов приборов «НаноСкан», но и привело к созданию ряда уникальных экспериментальных установок с предельно высокими метрологическими возможностями.

Стерень разработанности проблемы

Применительно к приборам семейства «НаноСкан», на момент начала разработки физических моделей работы прибора, присутствовало достаточно много экспериментальных данных, демонстрирующих чувствительность прибора 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 сканирующими нанотвердомерами, носили полуэмпирический характер и требовали предварительной калибровки прибора на тестовых структурах с известными механическими и электрическими свойствами.

Основные теоретические подходы к решению поставленных задач были достаточно хорошо разработаны и соответствующие частные задачи из физики конденсированного состояния были решены применительно к СЗМ, методу инструментального индентирования и использованию пьезорезонансных датчиков. Основной задачей данного исследования было соединение подходов из различных областей физики в единую модель, позволяющую связать измеряемые характеристики резонансного зонда с механическими и электрическими характеристиками исследуемого материала.

Цели и задачи работы

Применительно к приборам семейства «НаноСкан» основной целью работы было выяснение путей совершенствования конструкции прибора, разработка новых методик измерения и теоретическое обоснование ряда ранее обнаруженных эмпирически закономерностей и методик измерения.

С точки зрения научного приборостроения, основной целью работы было физическое обоснование возможности измерения таких характеристик твердых, токопроводящих и вязкоупругих конденсированных материалов, как твердость, модуль упругости, удельная электропроводность и просто топография в процессе сканирования их поверхности пьезорезонансным зондом, возбуждаемым автоколебательным способом.

Основной физической задачей, решаемой в ходе выполнения работы, было установление взаимосвязи между измеряемыми параметрами резонансного зонда и свойствами материала в области контакта осциллирующего алмазного острия зонда с поверхностью. В ходе выполнения диссертационной работы предстояло решить следующие частные научные задачи:

- проанализировать работу автогенераторной схемы возбуждения пьезорезонансного зонда и определить такие ее основные характеристики, как чувствительность и быстродействие по амплитудному и частотному измерительным каналам;

- рассмотреть основные механизмы вязкоупругих, адгезионных и пластических механических потерь, возникающих при контакте алмазного острия осциллирующего зонда с исследуемой поверхностью в условиях присутствия и отсутствия вязких жидких слоев на поверхности образца;

- получить аналитические соотношения, связывающие сдвиг резонансной частоты осциллирующего зонда при его частичном и полном контакте с поверхностью образца с механическими свойствами исследуемого материала;

- обосновать теоретически и подтвердить экспериментально возможность количественного измерения модуля упругости и твердости образца методом кривых подвода и в процессе сканирования его поверхности резонансным зондом;

- аргументировать необходимость одновременного измерения комплекса динамических и статических параметров зонда для количественной характеристики механических свойств исследуемого материала;

- дать аналитическое описание режима токовых измерений и ввести ряд функциональных зависимостей измеряемых величин, позволяющих количественно определять величину удельной электропроводности исследуемого материала;

- определить количественные критерии возможности неразрушающего сканирования материала с известными механическими свойствами пьезорезонансным зондом с алмазным индентором;

- провести исследование ряда тестовых и экспериментальных материалов и структур с использованием разработанных физических моделей, новых методик измерения и подходов к обработке экспериментальных данных.

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 приборы, совмещающие функцию сканирования поверхности с возможностью индентирования. Детальному анализу был подвергнут резонансный зонд с алмазным индентором. Были определены его основные характеристики, критически влияющие на возможность количественного измерения механических и электрических свойств гетерогенных материалов с нанометровым пространственным разрешением.

Методологическая и теоретическая база исследования

Проводимые исследования основывались на широких возможностях Центра Коллективного Пользования ФГБНУ ТИСНУМ и приборной базе отдела «Исследования физико-механических свойств».

Базовой методологией был синтез разнообразных подходов в единое описание сложной физической системы. При этом использовались традиционные аналитические подходы, базирующиеся 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 характеристиками.

Научная новизна работы

Впервые была получена аналитическая модель, связывающая сдвиг резонансной частоты, амплитуды колебаний и силы прижима зонда с упругими характеристиками образца в случае контакта с поверхностью осциллирующего острия в форме усеченного конуса.

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

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

Были определены количественные критерии возможности неразрушающего сканирования материала с известными свойствами пьезорезонансным зондом с алмазным индентором.

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 различных разделов физики конденсированного состояния и смежных дисциплин: гидродинамики, акустики, электродинамики и теорий упругости, колебаний и пьезоэлектриков.

Положения, выносимые на защиту

1. 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.
2. 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.
3. 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.
4. Теоретическое и экспериментальное подтверждение возможности картографирования модуля упругости в процессе сканирования поверхности пьезорезонансным зондом с датчиком силы.
5. Теоретическое и экспериментальное подтверждение возможности картографирования приведенного значения твердости (H/E^2) в процессе сканирования поверхности пьезорезонансным зондом с датчиком силы.

Практическая ценность работы

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. Данный результат открывает возможности для дальнейшего развития научного приборостроения в области СЗМ и наноиндентирования.

Полученные данные о демпфировании колебаний резонансного зонда и сдвиге его собственной частоты при контакте наноразмерного острия с поверхностью исследуемого материала имеют важное значение для анализа целого ряда контактных явлений, наблюдаемых в различных устройствах 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.

Соответствие диссертации паспорту специальности

Представленная работа соответствует первой части 6 пункта паспорта специальности: «Разработка экспериментальных методов изучения физических свойств материалов». Кроме этого представленные результаты имеют непосредственное отношение ко 2 пункту паспорта, поскольку содержат «Теоретическое и экспериментальное исследование физических свойств неупорядоченных неорганических и органических систем» и анализ их взаимосвязи с измеряемыми сканирующими нанотвердомерами физическими величинами.

Внедрение результатов работы

Проделанная автором работа по оценке измерительных возможностей пьезорезонансных зондов была использована при разработке двух специализированных приборов, созданных на базе СЗМ «НаноСкан» и трехординанных гетеродинных интерферометров сопряженных с АСМ, вошедших в состав Государственного эталона ГЭТ 113-2014 (ФГУП ВНИИМС) и Государственного первичного эталона твердости по шкалам Мартенса ГЭТ 211-2014 (ФГУП ВНИИФТРИ).

Результаты проделанной работы были использованы при выполнении работ в рамках (ФЦП) «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2007 - 2013 годы» (ГК 16.523.12.3003 от 16.05.2011 г., № 16.552.11.7014 от 29.04.2011 г.), 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).

Достоверность и обоснованность полученных результатов

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. Часть предложенных подходов после экспериментальной верификации была использована при разработке специализированных измерительных СЗМ, вошедших в состав Государственного эталона ГЭТ 113-2014 (ФГУП ВНИИМС) и Государственного первичного эталона твердости по шкалам Мартенса ГЭТ 211-2014 (ФГУП ВНИИФТРИ). Основные результаты в той или иной степени использовались при выполнении целого ряда НИР и ПНИ в ФГБНУ ТИСНУМ.

Апробация работы

Список конференций, на которых были представлены результаты диссертации:

1. Маслеников И.И., Решетов Н.В. Механизм гидродинамического гашения резонансных колебаний зонда АСМ // Научная сессия НИЯУ МИФИ-2011. Аннотации докладов. 2010. С. 239
2. Баранова Е.О., Маслеников И.И. Анализ динамического поведения пьезорезонансного зонда для СЗМ // IX Курчатовская молодежная школа. Сборник аннотаций. Москва, 2011.
3. Ганзий Д.А., Маслеников И.И. «Определение электрических и механических свойств углеродных наноматериалов методом измерительного наноиндентирования на СЗМ «НаноСкан 3D». // Участие молодых ученых в фундаментальных, поисковых и прикладных исследованиях по созданию новых углеродных и наноуглеродных материалов». Тезисы докладов конференции молодых ученых Уральского региона с международным участием. Пермь: ПНИПУ, 2011.
4. Маслеников И.И. Вязкие потери, возникающие в точке контакта острия зонда АСМ с поверхностью // Сборник трудов Всероссийской молодежной конференции

«Перспективы развития фундаментальных наук», проводимой в рамках Второй международной научной школы для молодёжи «Прикладные математика и физика от фундаментальных исследований к инновациям». Москва - Долгопрудный: МФТИ, 2011. С. 83–86.

5. 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.

6. Маслеников И.И., Усеинов А.С. Измерение модуля упругости сверхтонких алмазоподобных пленок методами измерительного индентирования и силовой спектроскопии // Участие молодых учёных в фундаментальных, поисковых и прикладных исследованиях по созданию новых углеродных и наноуглеродных материалов. Московская обл., пос. Андреевка, 2013. С. 18–20.

7. Маслеников И.И., Решетов В.Н., Усеинов А.С. Измерение твердости материалов в процессе контактного сканирования // Девятая Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология». г. Москва, г. Троицк., 2014. С. 283–284.

8. 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. С. 852.

9. Маслеников И.И., Русаков А.А. Измерения твердости и модуля упругости в процессе сканирования топографии поверхности // 57-ая научная конференция МФТИ с международным участием, посвященная 120-летию со дня рождения П.Л. Капицы. Москва - Долгопрудный - Жуковский, 2014. С. 109–110.

Список конференций по близкой тематике

1. 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.

2. Kravchuk K., Useinov A.S., Rusakov A.A., Maslenikov I.I. Tomograms of Hardness and Elastic Modulus // Piezoresponse Force Microscopy and Nanoscale Phenomena in Polar Materials. Ekaterinburg, 2014. P. 14.

3. Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И. Методы исследования пространственной неоднородности механических свойств наноструктурированных материалов // Девятая

Международная конференция «Углерод: фундаментальные проблемы науки, материаловедение, технология». г. Москва, г. Троицк., 2014. Р. 434–438

Личный вклад автора

Все теоретические результаты, представленные в работе, получены автором лично. Значительная часть экспериментальных данных, подтверждающих аналитические выводы, также получена автором. При этом автор принимал активное участие, как в постановке исследовательских задач, так и в выполнении анализа конкретных физических условий проведения экспериментов, измерении образцов и обработке полученных данных. Во всех публикациях по теме диссертации автор проводил физический анализ и математическое моделирование экспериментальной процедуры и обрабатывал полученные данные. Работа проходила в плотном контакте с коллегами из отдела Исследования Физико-Механических свойств ФГБНУ ТИСНУМ, кафедры Лазерной физики 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.

Гоголинский К.В. разработал электронную систему управления прибором, участвовал в обсуждении результатов и постановке задач.

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

Кравчук К.С. проводили экспериментальные исследования разнообразных материалов с использованием разработанных методик.

Решетов Н. В. участвовал в анализе гидродинамических потерь возникающих в области контакта индентора с поверхностью.

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.

Решетов В.Н. руководил научной работой автора диссертации, помогал с постановкой задач, участвовал в обсуждении хода исследований и полученных результатов, отвечал на вопросы, связанные с особенностями работы приборов семейства «НаноСкан».

Публикации

Основные результаты работы, представленные в диссертации, опубликованы в 13 печатных источниках, из которых 7 являются реферируемыми журналами из списка ВАК, входящими в список Scopus или Web of Science:

1. 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.

2. Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S. Mapping the Elastic Modulus of a Surface with a NanoScan 3D // *Instruments Exp. Tech.* 2015. Vol. 58, № 5. P. 711–717.

3. Soshnikov A.I., Kravchuk K.S., Maslenikov I.I., Ovchinnikov D.V., Reshetov V. N. et al. Measuring the local resistivity by the nanoindentation and force-spectroscopy methods // *Instruments Exp. Tech.* 2013. Vol. 56, № 2. P. 233–239.

4. Maslenikov I.I., Reshetov N. V. Resonance Oscillation Damping of a Scanning Microscope Probe by a Near Surface Viscous Liquid Layer // *Acoust. Phys.* 2016. T. 62, № 3. С. 392–397.

5. Gogolinskii K.V., Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S. A multipurpose probe sensor for scanning nanohardness testers // *Instruments Exp. Tech.* 2013. Vol. 56, № 5. P. 576–583.

6. Маслеников И.И., Усеинов А.С. Исследование возможности использования силовой спектроскопии для определения механических свойств тонких покрытий // *Химия и химическая технология.* 2014. Т. 57, № 5. С. 67–70.

7. Ганзий Д.А., Кравчук К.С., Маслеников, И.И., Прокудин, С.В. Исследование локальных электрических свойств и фазовых переходов методом наноиндентирования // *Известия высших учебных заведений. Серия Химия и химическая технология.* 2012. Т. 55, № 6. С. 59–62.

Публикации по близкой тематике:

1. Gogolinskii K.V., Gubskii K.L., Kuznetsov A.P., Reshetov V.N., Maslenikov I.I., Golubev S.S., Lysenko V.G., Rummyantsev, S.I. Investigation of the metrological characteristics of a scanning

probe measuring microscope using TGZ type calibration gratings // Meas. Tech. Springer, 2012. Vol. 55, № 4. P. 1–6.

2. Kuznetsov A.P., Kazieva T.V., Gubskiy K.L., Maslenikov I.I., Reshetov V.N. Heterodyne Interferometer for the Metrological Assurance of the Devices Measuring Physical Properties of Nanostructured Materials // Phys. Procedia. 2015. Vol. 72. P. 189–193.

3. Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И. Индентирование. Измерение твердости и трещиностойкости покрытий // Наноиндустрия. 2013. № 7. P. 48–56.

4. Решетов В.Н., Усеинов А.С., Мелекесов Э.В., Маслеников И.И. Устройство для измерения физико-механических свойств материалов: пат. 160682 Рос. Федерация. № 2015150228; заявл. 24.11.2015; опубл. 27.03.2016, Бюл. №9.

5. Усеинов А.С., Кравчук К.С., Маслеников И.И., Получение томограммы механических свойств методами наноиндентирования // Наноиндустрия. 2014. № 1. С. 34–39.

6. Усеинов А., Решетов В., Маслеников И., Кравчук К. ISO - это просто! // Наноиндустрия. 2015. Т. 7. С. 52–61

Другие публикации:

1. Popov M., Blank V., Perfilov S., Ovchinnikov D., Kulnitskiy B., Tyukalova E., Prokhorov V., Maslenikov I., Perezhogin I., Skryleva E., Parkhomenko Y. Unique mechanical properties of fullerite derivatives synthesized with a catalytic polymerization reaction // MRS Commun. 2015. Vol. 5, № 1. P. 71–75.

2. Арутюнов С.Д., Муслов С.А., Никурадзе А.Н., Усеинов А.С., Маслеников И.И. Исследование адгезионных свойств цементов, применяемых для фиксации стоматологических иммобилизирующих шин // Институт стоматологии. 2014. Т. 62, № 1. С. 106–109.

Личный вклад автора

Все теоретические результаты, представленные в работе, получены автором лично. Значительная часть экспериментальных данных, подтверждающих аналитические выводы, также получена автором. При этом автор принимал активное участие, как в постановке исследовательских задач, так и в выполнении анализа конкретных физических условий проведения экспериментов, измерении образцов и обработке полученных данных.

Во всех публикациях по теме диссертации автор проводил физический анализ и математическое моделирование экспериментальной процедуры и обрабатывал полученные данные. Работа проходила в плотном контакте с коллегами из отдела Исследования Физико-Механических свойств ФГБНУ ТИСНУМ, кафедры Лазерной физики 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 данные.

Гоголинский К.В. разработал электронную систему управления прибором, участвовал в обсуждении результатов и постановке задач.

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

Кравчук К.С. проводили экспериментальные исследования разнообразных материалов с использованием разработанных методик.

Решетов Н. В. участвовал в анализе гидродинамических потерь возникающих в области контакта индентора с поверхностью.

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, верификации модельных представлений и проведении измерений.

Решетов В.Н. руководил научной работой автора диссертации, помогал в постановке задач, участвовал в обсуждении хода исследований и полученных результатов, отвечал на вопросы, связанные с особенностями работой приборов семейства «НаноСкан».

Глава 1 Обзор моделей контактного взаимодействия зонда с поверхностью

Все сканирующие зондовые микроскопы (СЗМ) относятся к приборам контактного типа, и взаимодействие острия зонда с поверхностью играет ключевую роль в работе таких приборов. Независимо от типа используемого зонда и характера его взаимодействия с исследуемым образцом, острие зонда входит в непосредственный контакт с атомами поверхности, и возникающие именно в этой области силы влияют на параметры зонда, формируя сигнал, используемый в качестве регулирующего, при сканировании поверхности. К настоящему моменту в атомно-силовой микроскопии (АСМ) сложились определенные представления о силах, возникающих при взаимодействии зонда с поверхностью, и их описание можно найти в книгах по атомно-силовой спектроскопии [1,2]. Достаточно подробный обзор контактных и бесконтактных явлений приведен в работе [3].

Исследования, представленные в данной диссертационной работе, были инициированы необходимостью создания физических моделей, объясняющих явления, возникающие при контакте пьезорезонансного зонда, используемого в сканирующих нанотвердомерах семейства «НаноСкан», с поверхностью исследуемого образца. Однако, многие из полученных результатов имеют достаточно общий характер и применимы к стандартным кремниевым кантилеверам, используемым в классических АСМ. Рассмотрение сил, возникающих при контакте двух твердых тел, начнем с анализа чисто упругого взаимодействия острия и поверхности.

1.1 Упругие силы

Рассмотрим взаимодействие однородных изотропных тел, подчиняющихся закону Гука. Еще в конце XIX века были решены задачи о распределении напряжений в линейном упругом однородном изотропном полупространстве, возникающих при приложении точечной силы [4], и задача о взаимодействии двух упругих тел, форма которых описывается параболоидами вращения [5]:

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

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

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

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

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

В XX веке были получены выражения для зависимости силы F и нормального напряжения σ_{zz} от глубины погружения h для индентора, форма которого получается путем вращения произвольной функции $w(r)$ вокруг вертикальной оси (модель Sneddon [6]). Введем обозначение $f(r/a) = w(r)$, где r – радиальная координата, а a – радиус области контакта. Тогда согласно модели Sneddon в общем виде зависимость силы от глубины погружения можно представить в виде:

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

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

С использованием формул (1.4), (1.5) в этой же работе приведены простые зависимости силы от глубины погружения, а также распределения давления и форма деформированной поверхности: Плоский цилиндрический индентор:

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Также существует выражение для тела в форме гиперboloида вращения

$f(x) = R \text{Cot}^2 \alpha \left[\sqrt{\left(\frac{ax}{R \text{Cot} \alpha} \right)^2 + 1} - 1 \right]$ [7]:

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

В работе [6] рассматривается случай внедрения абсолютно жесткого индентора в поверхность, в таком случае E и модуль Юнга образца E_{sample} связаны соотношением $E = \frac{E_{sample}}{1-\nu_{sample}^2}$.

Несмотря на то, что в данной работе рассматриваются прежде всего алмазные инденторы, и поправка на деформацию индентора при контакте с большинством материалов будет невелика, учтем данный эффект (см. [8]), заменяя E эффективным модулем E^* , определенным уравнением (1.3). Тогда равенства (1.4), (1.5) могут быть записаны в виде:

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

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

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

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

где

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

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

1.2 Критерии начала пластической деформации

Для оценки начала пластической деформации можно использовать критерий Фон Мизеса (см. например [9]), согласно которому пластическое течение начинается, когда

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

где Y – предел текучести материала, $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ – главные напряжения материала. Другим критерием начала пластического течения является критерий Треска (см. например [9]), который можно записать в виде:

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

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

Рассмотрим критерий Фон Мизеса. Для осесимметричных тел вращения, как следует из [9] уравнение (1.16) может быть записано в виде:

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

Т.е. согласно критерию Фон Мизеса пластическая деформация начинается когда сдвиговое напряжение $|\sigma_z - \sigma_r|$ сравнивается с пределом текучести материала. Распределение $\frac{1}{2}|\sigma_z - \sigma_r|$ в образце, контактирующем со сферическим телом, для случая $\nu = 0.26$ представлено на рисунке 1.1 [10].

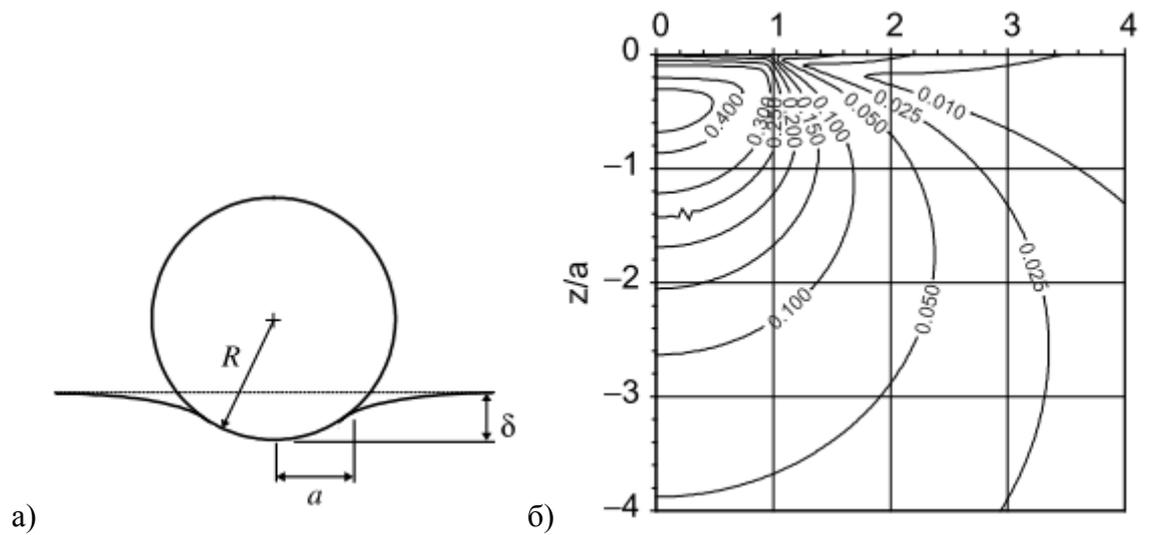


Рисунок 1.1 – а) геометрия контакта б) изолинии максимальных сдвиговых напряжений [10].

Компоненты σ_r и σ_z согласно [9] задаются выражениями:

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

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

где

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

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

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

1.3 Адгезионные модели.

Рассмотрение взаимодействия обусловленного взаимной адгезией двух контактирующих тел следует начать с упоминания парного потенциала взаимодействия двух частиц, предложенного Mie [11] в 1903 году:

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

данный потенциал содержит как часть, отвечающую за отталкивание частиц, так и за притяжение их друг к другу, которая в свою очередь и объясняет адгезию тел.

Далее, следуя [12] для любого потенциала взаимодействия атомов вида $w(z) = -\frac{C}{z^n}$, где $n > 3$ можно проинтегрировать силы, действующие между плоскостью и плоскостью, а также между сферой и плоскостью. Так, если расстояние между плоскостью и сферой $D \ll R$, где R – радиус сферы, то имеет место равенство:

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

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

Так как данные рассуждения являются верными для каждого из слагаемых в уравнении (1.22), то соотношение (1.23) является верным и для потенциала (1.22). В таком случае в положении равновесия $z = z_0$ энергию $W(z_0)$ можно представить в виде [9]:

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

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

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

График силы взаимодействия двух поверхностей, нормированной на единичную площадку представлен на рис. 1.2.

Для взаимодействия двух сфер, находящихся на расстоянии много меньше каждого из радиусов соотношение (1.23) также является верным при замене радиуса R на приведенный

$$\frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2}.$$

Зависимость (1.23) была получена Bradley [13] в 1932 году для потенциала Леннарда-Джонса. При этом предполагалось, что сила взаимодействия между жесткими сферами может быть представлена в виде:

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

Такой же результат был получен в работах [12,14,15]. Конкретный вид зависимостей $W(D)$ для взаимодействующих тел различной геометрии можно найти в [12].

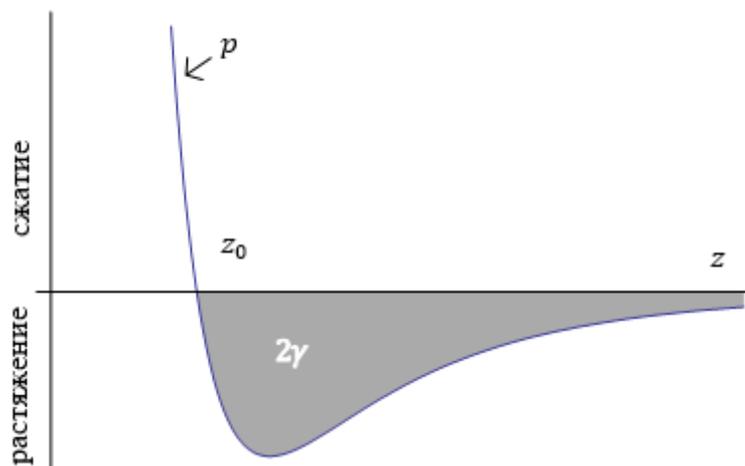


Рисунок 1.2 – График силы взаимодействия двух поверхностей, отнесенной к единице площади (адаптировано из [9]).

Представленные выше модели позволяют внести адгезионную поправку в решение контактной задачи чисто упругого взаимодействия тел, поверхность которых может быть представлена в виде параболоида вращения, предложенной Герцем [5]. Согласно данной модели сила взаимодействия имеет вид (см. также аналогичное выражение (1.8))

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

где

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

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

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

Распределение давления имеет вид:

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

где ρ – расстояние от центра области контакта.

В теории Derjaguin-Müller-Torogov [16] (DMT, 1975) предполагается, что контактная область деформирована согласно модели Герца. Можно отметить, что в работе [17] было проведено самосогласованное решение, учитывающее деформацию профиля, однако оно было сделано численно. В DMT к чисто упругой составляющей силы F добавляется сила поверхностного взаимодействия F_s , соответствующее выражение, связывающее силу взаимодействия с контактным радиусом можно записать в виде:

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

для случая $a = 0$ имеет место соотношение:

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

т.е. описывается моделью Bradley. Далее в работе показано, что с увеличением углубления сферы в поверхность интегрирование энергии взаимодействия, приходящейся на единицу поверхности по области контакта, где поверхности предполагаются отделенными друг от друга на несколько ангстрем, и вне нее, приводит к изменению F_s от начального значения $2\pi RW$ до асимптотического значения πRW . В [18] был использован потенциал Леннарда-Джонса и, с помощью «энергетического» метода получения сил, который был применен ранее [16], численно было показано, что сила поверхностного взаимодействия действительно уменьшается при увеличении области контакта. В тоже время прямое вычисление силы показало, что F_s увеличивается с ростом контактной области и даже может превосходить значение Bradley $2\pi RW$ при значении параметра Табора [19] (который будет описан ниже, см. (1.63)) $\mu_{\text{Тabor}} > 0.24$. В литературе часто [3] (Carpla, Dietler) данную модель описывают, считая силу F_s заданной выражением (1.32), т.е. учитывая поверхностные силы для случая нулевого контакта. В таком случае зависимость контактного радиуса от силы нагружения имеет вид:

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

Нулевой контактный радиус достигается при силе:

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

Контактный радиус при нулевой силе:

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

Зависимость углубления от контактного радиуса имеет вид:

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

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

Распределение давления также как и в модели Герца описывается выражением (1.30). Теория DMT применима для систем со слабой адгезией и небольшим радиусом кривизны.

Теория JKR [20] пренебрегает дальнедействующими силами вне области контакта и рассматривает только короткодействующие контактные силы. Для граничного условия контакта двух тел, представляющих собой параболоиды вращения, данная модель рассматривает решение не только вида (1.30), но также вида:

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

что по сути предполагает невыполнение равенства (1.14). Такое распределение давления приводит к бесконечному градиенту высоты поверхности вне контактной области (как в случае нагружения плоским жестким цилиндром). Два чисто упругих гладких тела не могут взаимодействовать таким образом, однако в случае наличия адгезии подобные напряжения становятся возможными. Внося в свободную энергию U_e поправку

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

из условия

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

можно получить значения коэффициента пропорциональности в уравнении (1.38):

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

Зависимость контактного радиуса от силы нагружения:

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

Нулевой контактный радиус достигается при силе:

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

Контактный радиус при нулевой силе:

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

Зависимость углубления от контактного радиуса имеет вид:

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

Распределение напряжения имеет вид:

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

Теория JKR применима для сильно адгезионных систем с маленькой жесткостью и большим радиусом кривизны. Она предсказывает бесконечное напряжение при $\rho = a$, т.е. на границе контактной площади. Контакт по-прежнему имеет радиус кривизны ρ , но углубление h при той же силе, что и в модели Герца, уменьшилось. Контакт изменяется из-за бесконечных по абсолютной величине напряжений, действующих вдоль границы контакта, имеющей нулевую площадь (рис. 1.3).

Maugis [21] предложил модель, позволяющую осуществить переход между моделями JKR и DMT. Сначала в данной работе используется подход Sneddon [6] для анализа модели JKR, рассматривается параметр $\chi(1)$ (см. (1.15)). Если данный параметр перестает быть равным нулю, то в поле около границы отрыва поверхности от индентора возникает сингулярность, которая также как и в уравнении (1.38) обратно пропорциональна корню квадратному из расстояния до границы отрыва. Далее, по аналогии с описанием полей напряжений у трещины, вводится коэффициент интенсивности напряжений $K_I \sim p_0'$. Затем используются результаты работы [22], в которой были найдены напряжения и смещения для случая образования круговой трещины под действием заданного вертикального напряжения, это напряжение предполагается действующем вдоль площади, заключенной между окружностями границы контакта и

окружности с радиусом c . Разница $c-a$ равна радиусу когезионной зоны d , величина напряжения постоянна и равна пределу текучести σ_0 [23] (модель Dugdale), (рис. 1.3). Далее, итоговые напряжения и смещения представляют собой сумму напряжений и смещений, действующих в области контакта (таких же, как и в JKR) и вне области контакта (таких же, как и в [22]). Необходимые константы подбираются из условия конечности напряжений при $r = a$. Так, например, для распределения напряжений имеет место равенство:

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

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

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

где δ_t – смещение, при котором происходит раскрытие трещины.

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

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

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

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

Учитывая также, что в равновесии имеет место соотношение Griffith [24]:

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

можно увидеть, что соотношение (1.49) аналогично (1.37), т.е. модель Maugis в данном случае действительно переходит в модель DMT. В данном случае адгезионные потери оказываются обусловленными бесконечно малым напряжением, действующим на бесконечно большой площади, и рассматриваются с точки зрения образования трещин, в то время как в модели DMT адгезия обусловлена энергией на единицу поверхности $W(z) \sim 1/z^2$ и в соответствии с (1.23) силой $F(z) \sim 1/z^2$. Предположения модели DMT представляются более физическими, так как

учитывают реальный потенциал взаимодействия между молекулами. Тем не менее, данная модель не предоставляет самосогласованного аналитического решения, учитывающего деформацию профиля под действием адгезионных сил, и на практике часто используется всего лишь уравнение (1.37), в котором происхождение поправки $2\pi RW$ уже не существенно и с такой точки зрения модель DMT действительно является лишь частью модели Maugis.

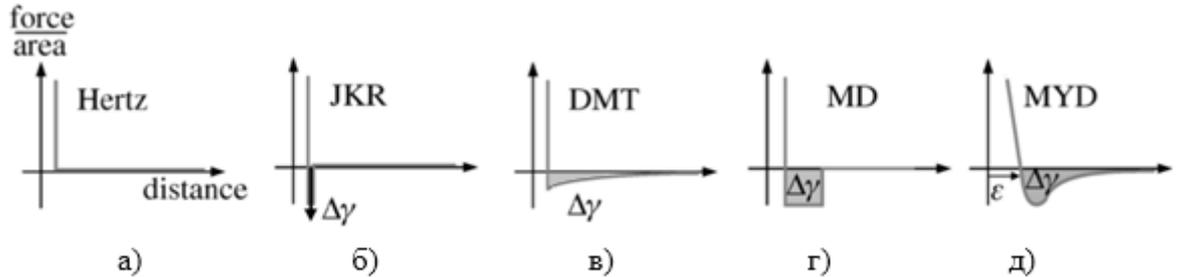


Рисунок 1.3 – Силы взаимодействия для моделей Герца (а), JKR (б), DMT (в), MD (г) и MYD (д).

Модель Герца не учитывает адгезионных сил в контакте. Модель JKR содержит только короткодействующие силы, фактически пропорциональные дельта-функции с коэффициентом пропорциональности, обеспечивающем работу адгезии $\Delta\gamma$. Модель DMT учитывает далекодействующие силы вне области контакта и является частным случаем модели MYD в случае контакта нулевого радиуса, учитывающей как далекодействующие, так и короткодействующие силы как и потенциал Леннарда-Джонса. (рисунок и объяснения из [25]). В результате с введением обозначений:

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

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

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

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

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

итоговые зависимости записываются в параметрическом виде:

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

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

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

При $\lambda \rightarrow \infty$ данные зависимости переходят в зависимости ЖКР, при $\lambda \rightarrow 0$ в ДМТ. Переходы между моделями для зависимостей $\bar{A}(\bar{F})$, $\bar{F}(\Delta)$, $\bar{A}(\Delta)$ проиллюстрированы на рисунках 1.4, 1.5, 1.6.

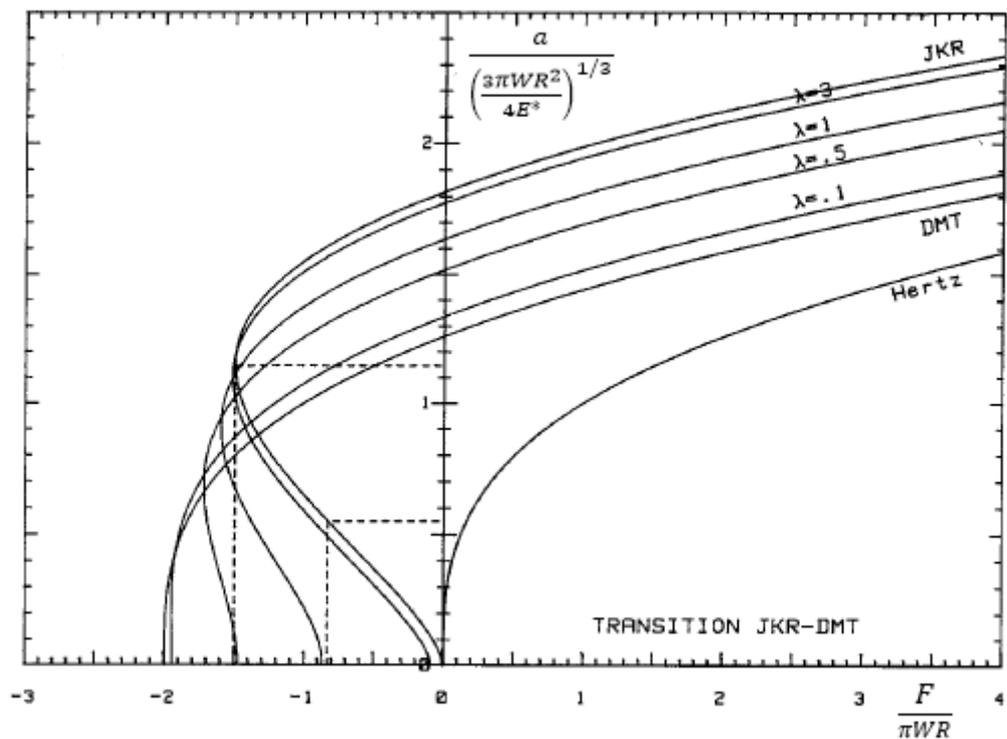


Рисунок 1.4 – График зависимости $\bar{A}(\bar{F})$ для различных значений λ (адаптировано из [21]).

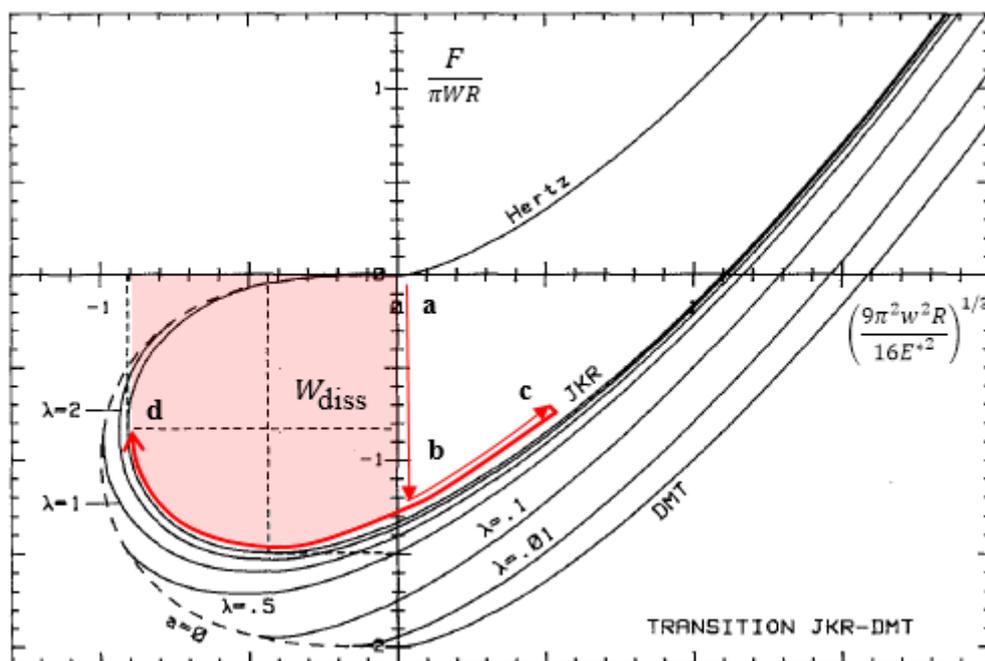


Рисунок 1.5 – График зависимости $\bar{F}(\Delta)$ для различных значений λ . Гистерезис, представленный разницей кривой подвода (кривая a-b-c) и кривой отвода сферы от поверхности

(c-d) обуславливает работу адгезии W_{adh} . В точке d происходит отрыв зонда от поверхности, части черных кривых (d-a) нестабильны (адаптировано из [21]).

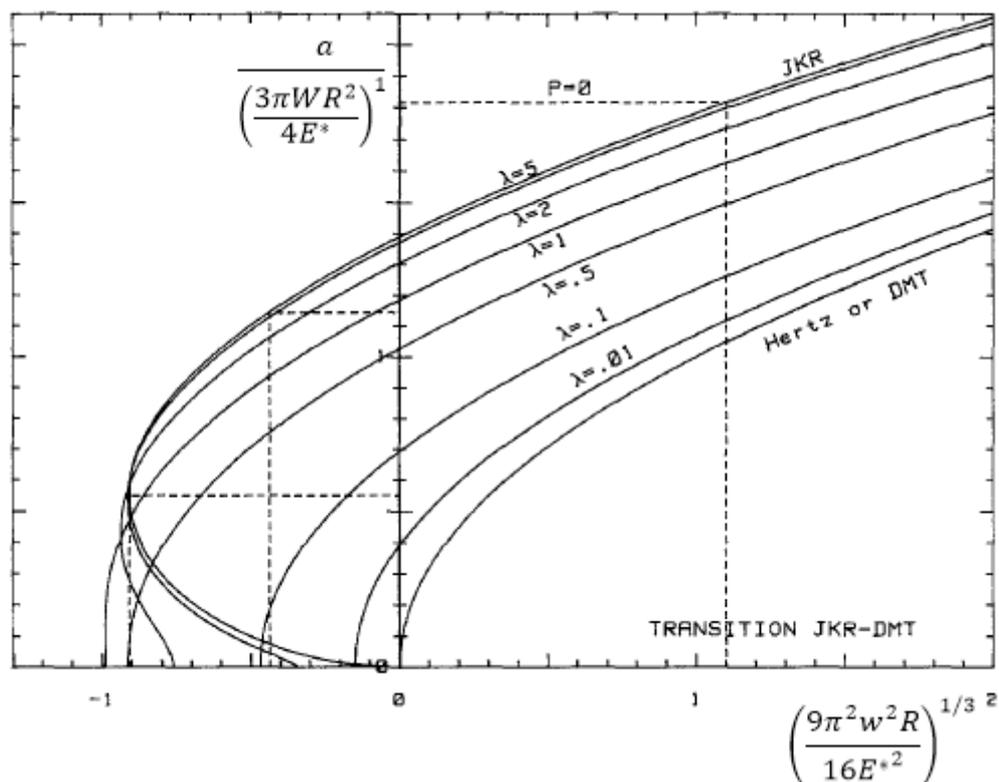


Рисунок 1.6 – График зависимости $\bar{A}(\Delta)$ для различных значений λ (адаптировано из [21]).

Существует несколько параметров, описывающих переходы между моделями DMT и JKR. Вначале можно заметить, что согласно [26] напряжение на вершине трещины достигает теоретического значения напряжения для материала, которое для потенциала Леннарда-Джонса с равновесным положением между атомами Z_0 может быть выражено следующим образом:

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

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

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

Также можно заметить, что выражение (1.60) вместе с выражениями (1.48) и (1.51) приводит к соотношению

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

Tabor [19] ввел параметр по сути представляющий параметр λ , с различием в отсутствии численных коэффициентов.

$$\mu_{Tabor} = \sqrt[3]{\frac{W^2 R}{z_0^3 E^*}}. \quad (1.63)$$

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

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

и контактном радиусе

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

контакт становится нестабильным. Соответствующая высота образовавшейся «шейки»

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

Существуют и другие параметры, описывающие переход между адгезионными моделями. Таблицу взаимосвязей между параметрами можно найти в [27]. В заключение рассмотрения адгезионных моделей взаимодействия между сферой и плоской можно отметить работу [28], в которой представлена «карта адгезионных сил». Вводятся следующие обозначения: деформация, возникающая из-за упругого взаимодействия:

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

деформация, возникающая из-за адгезионного взаимодействия:

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

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

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

Тогда, в зависимости от прикладываемого усилия \bar{F} (см. (1.53)) и значения параметра λ , можно получить области применимости вышеуказанных теорий (рис. 1.7). Граница между областями М-D (Maugis-Dugdale) и JKR, а также между областями М-D и DMT естественно условная: там, где применимы теории DMT или JKR, там применима и теория М-D. Значения 0.05 и 20 являются достаточно условными, т.к. выбраны из соображений $0.05 \ll 1 \ll 20$.

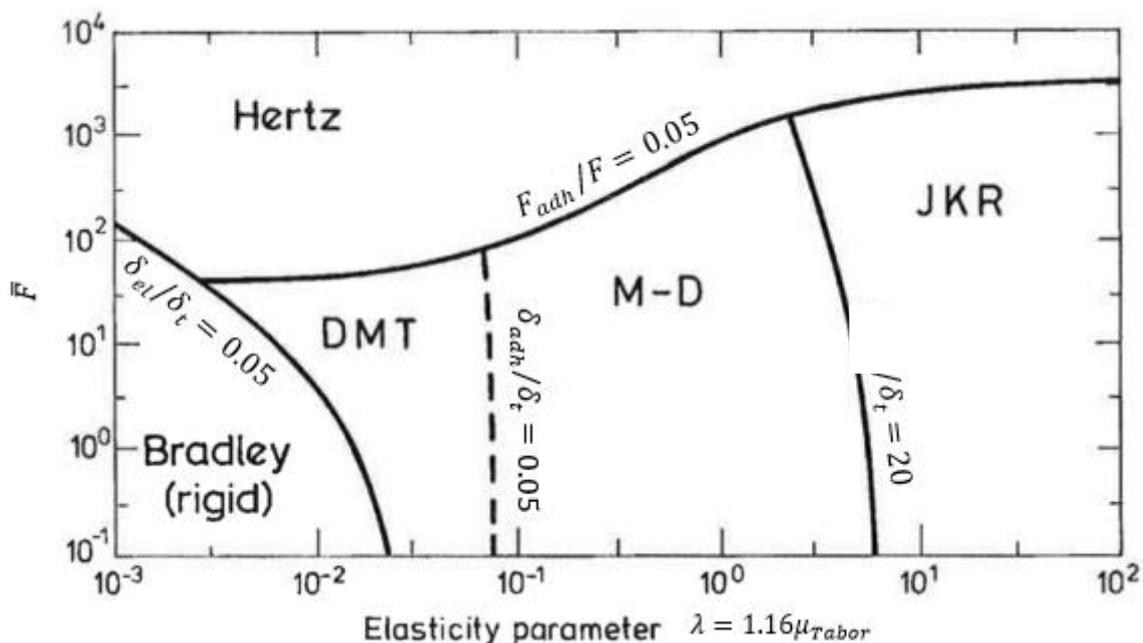


Рисунок 1.7 – «Карта адгезионных сил» (адаптировано из [28]).

Естественно, что представленные выше адгезионные модели подходят для идеально гладких тел и поверхностей, влияние шероховатостей на адгезию описано в работе [29].

1.4 Инструментальное индентирование: упругие и пластические деформации

В настоящее время метод наноиндентирования является вполне сформировавшейся методикой, лежащей в основе работы целого ряда приборов. Описание данной методики можно найти, например, в работе [30] или в книгах [10,31]. Можно отметить, связь наклона разгрузочной кривой с модулем упругости материала была установлена еще в 1970х годах [32] Булычевым, Алехиным и другими.

Рассмотрим процесс внедрения индентора в образец. Следуя [31], введем обозначения согласно рис. 1.8. Индентор нагружается до глубины h_{max} , при этом часть индентора, которая контактирует с материалом, имеет высоту h_c (рис.). При разгрузке остаточная величина деформации равна h_r . Итоговая диаграмма нагрузка-разгрузка представлена на рис. 1.8 б).

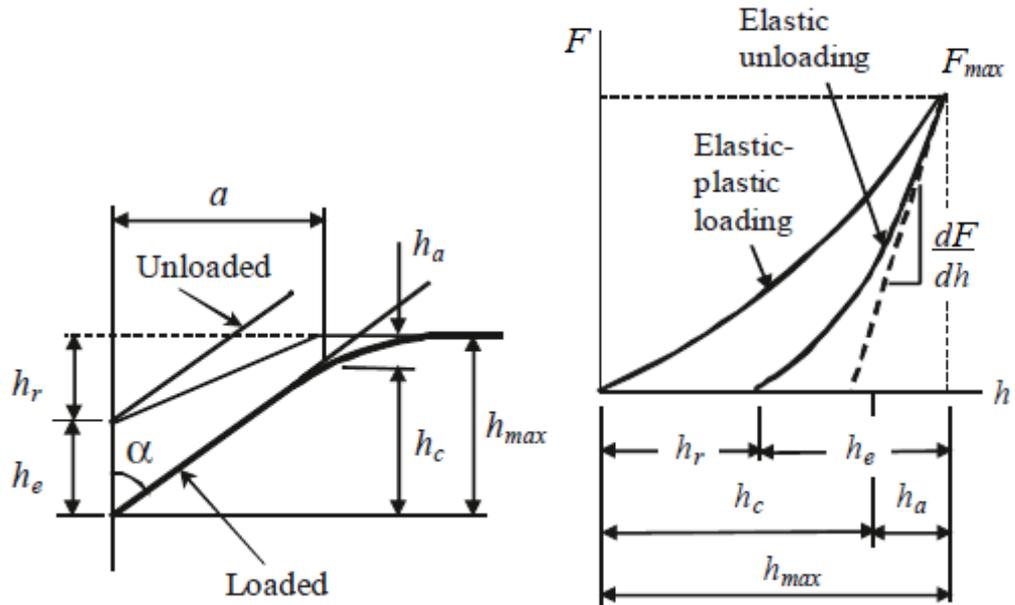


Рисунок 1.8 – а) Внедрение индентора в образец б) Диаграмма нагрузка – разгрузка. [31].

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

Процесс разгрузки является чисто упругим и его описание можно строить, основываясь на уравнениях, описывающих чисто упругое взаимодействие. Известно [8], что для упругого взаимодействия индентора любой осесимметричной формы с плоской поверхностью имеет место соотношение:

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

где a - радиус, соответствующий контактной площади A_c :

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

Символом E^* обозначен эффективный модуль, определенный соотношением

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

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

Уравнение (1.70) верно описывает поведение разгрузочной кривой для целого ряда материалов [8], однако возникает вопрос, почему оно является верным для случая разгрузки индентора, ведь в такой ситуации индентор выходит из углубления в деформированном материале, а не из плоской поверхности. Данный факт объясняется в работе [33] эффективной формой индентора.

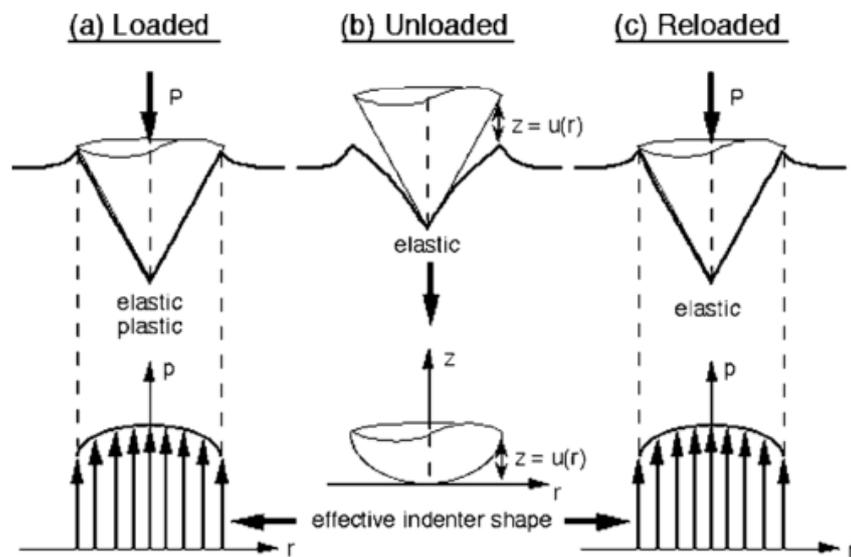


Рисунок 1.9 – К объяснению эффективной формы индентора [30].

Как следует из рис 1.9, эффективной формой $z = u(r)$ является такая форма индентора, которая приводит к такой же деформации в направлении нормали к недеформированной поверхности, к какой приводит взаимодействие конического индентора с углублением, полученным в ходе пластической деформации. Такая эффективная форма является сложным результатом упругих и пластических деформаций, происходящих в материале, однако всегда является гладкой функцией. Моделирование методом конечных элементов показало, что данная зависимость может быть достаточно точно аппроксимировано функцией вида:

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

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

Факт неосесимметричности индентора предлагается учитывать с помощью поправочного коэффициента β_{ind} (в работе [30] описывается коэффициент β , однако в виду того, что данная величина почти не рассматривается в данной работе, вводится индекс ind , для того, чтобы использовать символ β для других целей). С учетом коэффициента β_{ind} соотношение (1.70) принимает вид:

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

Значение коэффициента β_{ind} обычно несущественно отличается от единицы, в работе [30] значение 1.05 предлагается в качестве некоторой средней величины.

Следующим соотношением, дополняющим уравнения (1.71), (1.74) до полной системы, является уравнение, связывающее максимальную силу и твердость материала:

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

Контактная площадь A_c является функцией контактной глубины: $A_c(h_c)$. Определение величины h_c содержится на рисунке 1.8: контактной глубиной является разница вертикальных координат точки, в которой поверхность индентора входит в контакт с поверхностью материала, и кончика индентора. Данная величина может быть связана с максимальной глубиной с помощью соотношения:

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

Как следует из решения чисто упругой задачи [31], в случае индентирования образца торцом цилиндра $\varepsilon = 1$, для сферы $\varepsilon = 1/2$, для конуса $\varepsilon = \frac{2(\pi-2)}{\pi} \approx 0.73$, для индентора в форме пирамиды Берковича [30] используется значение $\varepsilon = 0.75$.

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

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

1.5 Капиллярные силы.

При работе на открытом воздухе и, особенно, при повышенной влажности на поверхности образцов и на острие зонда возможно появление тонких слоев адсорбированной воды. Влияние капиллярных сил может быть также существенно при искусственном увлажнении поверхности образца или работе с образцами, покрытыми тонкими пленками разного рода с помощью лубрикаторов. Типичная картина жидкого мениска, возникающего между сферическим острием и плоской поверхностью приведена на рис. 1.10.

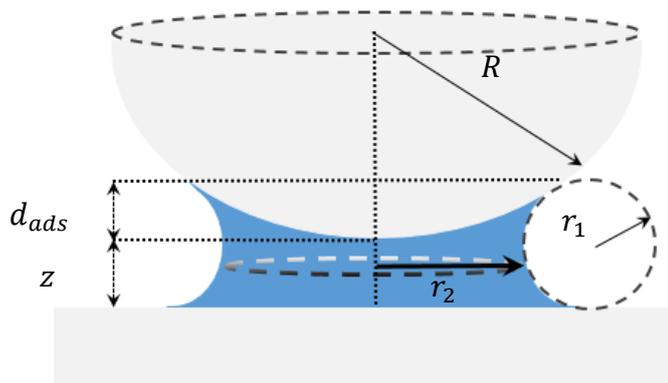


Рисунок 1.10 – Мениск между сферической каплей и поверхностью.

Оценку толщины слоя адсорбированной жидкости снизу можно получить, используя формулу Кельвина, описывающую в условиях равновесия жидкой и парообразной фаз давление пара над каплей жидкости (см., например [12]):

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

где $R_{thermo} = 8.31$ Дж/(моль·К), σ_{sur_t} – коэффициент поверхностного натяжения, p_{vap} – давление в котором находится мениск, p_{sat} – давление насыщенного пара, V – молярный объем. Для воды при $T = 20^\circ \text{C}$ $\sigma_{sur_t} V / R_{thermo} T = 0.54$ нм. Таким образом, при изменении относительной влажности от $RH = 10\%$ до $RH = 90\%$ значения r_k меняются от 0.5 нм до 1.6 нм. Данные величины представляют оценку минимальной толщины адсорбированного слоя состоящего из мелких капелек, не испаряющихся благодаря поверхностному натяжению. Реальный адсорбированный слой находящейся на гидрофильной поверхности может быть сплошным, но и в этом случае его толщина будет зависеть не только от химических свойств поверхности, но и от «относительной влажности» окружающей атмосферы.

Сила взаимодействия между сферой и поверхностью для геометрии, представленной на рис. 1.10, может быть записана в виде [12]:

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

Данное выражение позволяет произвести оценку действующих сил сверху в случае полного смачивания.

В работе [34] был произведен расчет потерь, возникающих из-за образования и разрыва мениска около кончика зонда. Движение зонда было описано путем численного решения уравнения, представляющего зонд как систему с сосредоточенными параметрами. Сила, действующая на зонд была представлена в виде потенциального взаимодействия по Герцу, возникающего в контактной области, Ван-дер-Ваальсовых сил притяжения обратно пропорциональных квадрату расстояния зонд-образец, действующих в бесконтактной области, а также капиллярных сил, представленных зависимостью вида (1.79), в случае полного смачивания ($\theta_1 = 0, \theta_2 = 0$). Предполагается, что капиллярные силы возникают при $z < d_{on}$, а разрыв мениска происходит при $z > d_{off}$ (рис. 1.11).

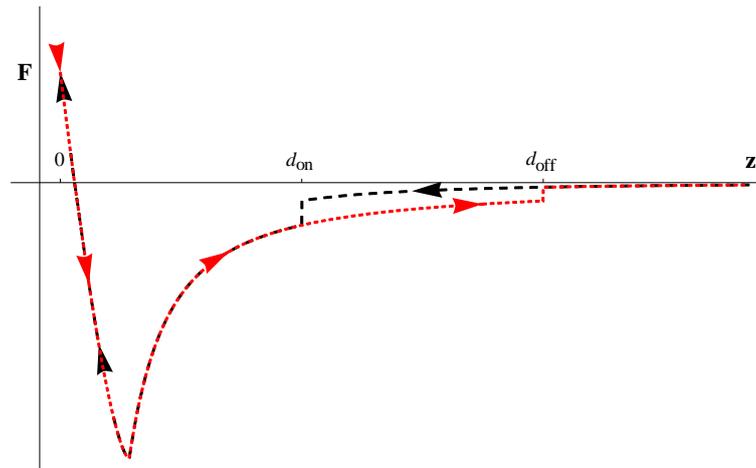


Рисунок 1.11 – Зависимость полной силы от расстояния зонд-поверхность, согласно [34].

Для оценки d_{on} и d_{off} предполагается следующая модель: зонд и поверхность покрыты слоем жидкости толщиной h_{ads} , объем вытесненной жидкости образует мениск:

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

В качестве условия образования мениска и возникновения капиллярных сил предполагается считать перекрытие адсорбированных слоев:

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

Расстояние d_{off} между зондом, при котором происходит отрыв зонда от поверхности, можно оценить с помощью формулы [35]:

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

причем предполагается, что контактный угол $\theta = 0$.

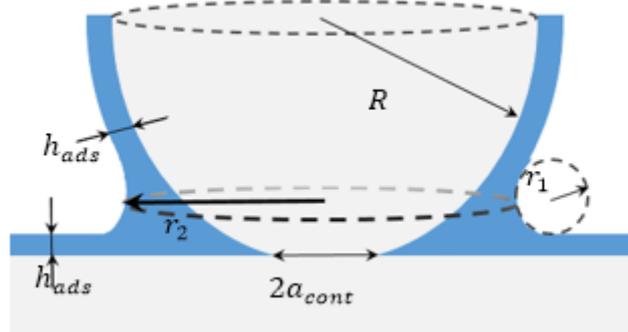


Рисунок 1.12 – Контакт сферы и поверхности, покрытых слоем жидкости [34].

Также предполагается, что объем мениска не меняется при движении и соответствует контактному радиусу по модели ДМТ при нулевой нагрузке (1.35), где энергия W согласно выражению (1.25) заменена на величину $2\gamma_{SV}$ (γ_{SV} – энергия поверхностного натяжения воды):

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

Далее в уравнение движения зонда, представленного как система с сосредоточенными параметрами, добавлялась капиллярная сила вида (1.79). Естественно, что в случае наличия контакта следует ожидать отклонение силы от указанной зависимости, которая при $z = -d_{ads}$ вообще устремляется к бесконечности; поэтому для простоты было введено предположение: если $z < Z_{0_capillar}$, то сила остается постоянной и равной таковой при $z = Z_{0_capillar}$, где $Z_{0_capillar}$ – межмолекулярное расстояние, соответствующее минимуму силы, изображенной на рисунке 1.11 и описанной выше. По смыслу данный параметр близок к равновесному положению между атомами для потенциала Леннарда-Джонса (см. (1.60)-(1.63)). Уравнение движения решалось методами Рунге-Кутты и для нахождения величины средней за период мощности использовалась формула [36]:

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

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

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

Результат данных вычислений представлен на рис. 1.13. В расчете использовались константы: $R = 20$ нм, $\gamma_{SV} = 72 \frac{\text{мДж}}{\text{м}^2}$, $Q = 400$, $k_c = 27.5$ Н/м, $f_0 = 280$ кГц. Для вычисления Ван-дер-Ваальсовых сил притяжения была использована константа Гамакера $6 \cdot 10^{-20}$ Дж. Упругие постоянные были выбраны равными таковым для зонда и образца, изготовленным из кремния. Энергия, рассчитанная как площадь петли гистерезиса капиллярных сил (рис. 1.11) может быть вычислена по формуле [37]:

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

Данная зависимость представлена на рис. 1.13 в виде пунктирной линии.

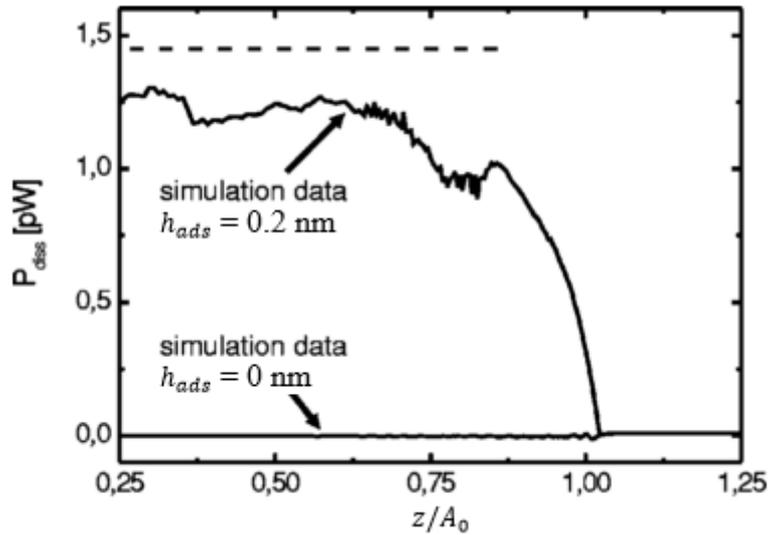


Рисунок 1.13 – Средняя мощность диссипации согласно [34].

Зависимость (1.86) будет использована в дальнейшем для оценки значимости потерь энергии, связанных с капиллярными силами.

Естественно, данный подход основывается на очень простых представлениях. В действительности применимость уравнения Кельвина может оказаться весьма ограниченной, как вследствие неравновесности процесса, так и вследствие малости рассматриваемых размеров мениска. В работе [38] проводилось измерение коэффициента преломления водяного мостика между двумя поверхностями слюды, при этом величина $R \approx 2.5$ см. Скорость отвода поверхностей составляла около 1 мкм/с. На основе проведенных измерений было предложено несколько моделей разрыва капиллярного мостика между контактирующими поверхностями (рис. 1.14), из всех предложенных вариантов предпочтение было отдано варианту D, как наиболее вероятному. В частности было указано, что данный результат подтверждается изображениями, полученными с помощью сканирующего электронного микроскопа, работающего в окружающей среде [39].

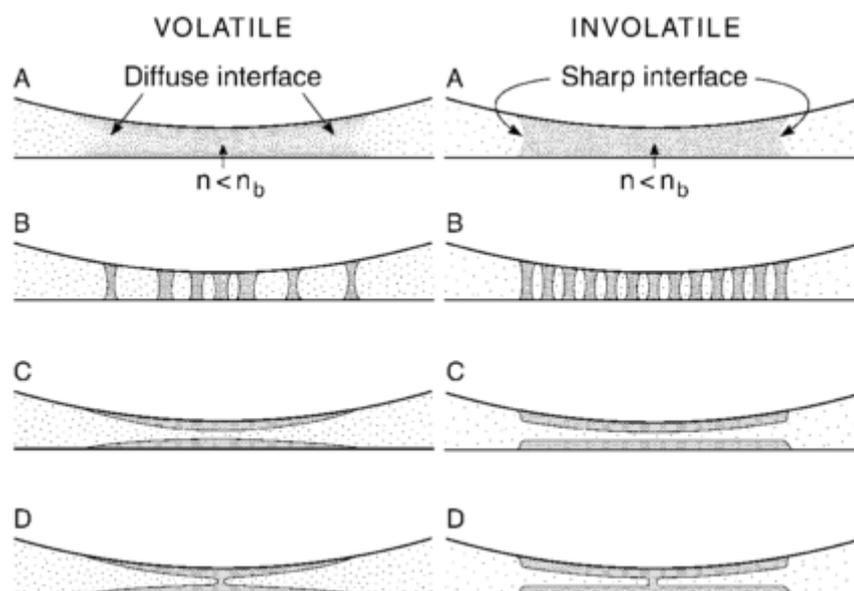


Рисунок 1.14 – Возможные варианты разрыва мениска

В работе [40] было произведено численное моделирование ситуации при которой зонд АСМ отводится от поверхности золотого образца. Для моделирования использовались методы функционала электронной плотности (density function theory: DFT) и кинетический метод функционала электронной плотности (kinetic density function theory: KDFT). Были рассмотрены следующие значения скорости отвода зонда от поверхности V_{pull} : 17 см/с, 10 см/с, 5 см/с, 0.5 см/с. Для радиуса кривизны 30 нм и 20 нм полученные результаты иллюстрирует рис. 1.15. Данные величины соответствуют относительной влажности 60%; энергия взаимодействия субстрата (поверхности образца) с жидкостью была выбрана равной $w_s = 7.70$ кДж/моль,

энергия взаимодействия кончика зонда с жидкостью была выбрана равной $w_t = 4.77$ кДж/моль. Т.к. жидкость моделирована как двумерный решеточный газ с энергией взаимодействия 4.77 кДж/моль, то данные величины соответствуют случаю полной смачиваемости поверхности для всех температур [41], речь идет о полной смачиваемости плоской поверхности с указанными параметрами.

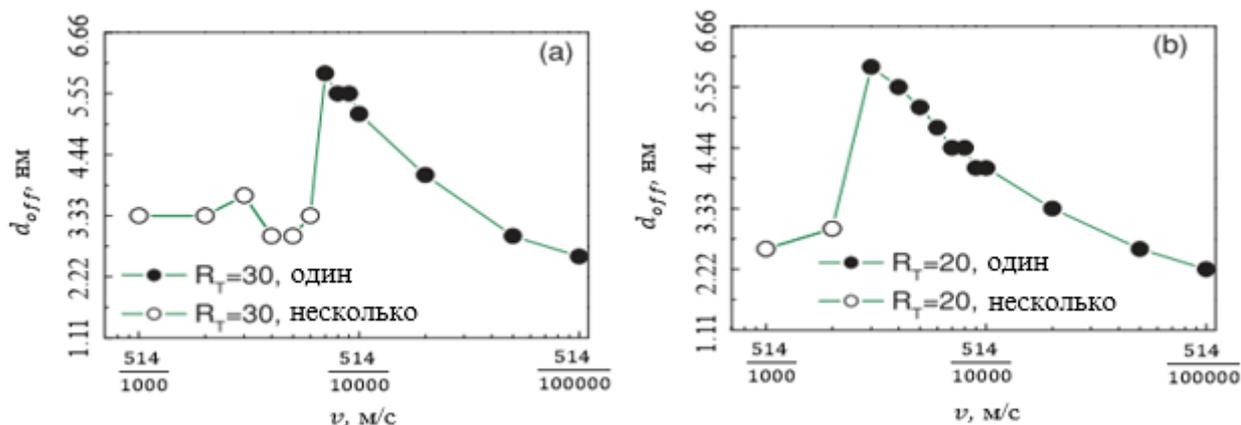


Рисунок 1.15 – Зависимость расстояния отрыва от скорости отвода сферы (зонда) от поверхности.

Из данных результатов видно, что для радиуса кривизны 30 нм при скоростях ~ 8.6 см/с происходит смена механизма разрыва мениска: разрывается не один водяной мостик, а перед разрывом образуется несколько водяных мостиков, так как это схематически изображено на рис. 1.14 В. Кроме того, с увеличением радиуса кривизны от 30 нм до 20 нм данное значение скорости увеличивается до ~ 17 см/с. По мере удаления зонда от поверхности все молекулы в конечном итоге возвращаются в исходное состояние (рис. 1.17).

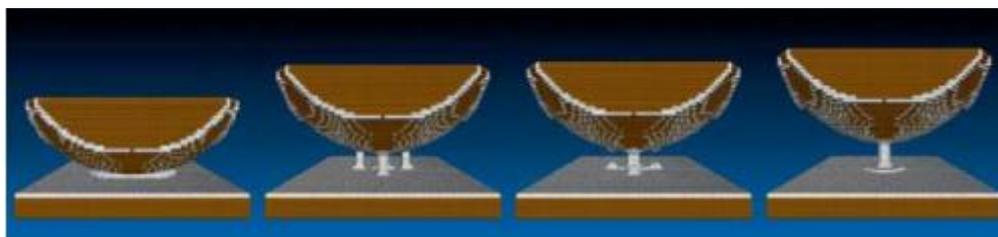


Рисунок 1.16 – Снимки изменения капиллярных мостиков в процессе отвода зонда с

$R = 50$ нм от поверхности для расстояний 0 нм, 3.7 нм, 4.07 нм, 5.55 нм.

Как видно из снимков, представленных на рисунке 1.16, в процессе отвода образуется несколько капиллярных мостиков; те, что расположены по периферии, в дальнейшем процессе

отвода лопаются, и происходит дальнейшее растяжение центрального мостика. Таким образом, процесс дальнейшего отвода зонда от поверхности соответствует выводам, сделанным в работе [40].

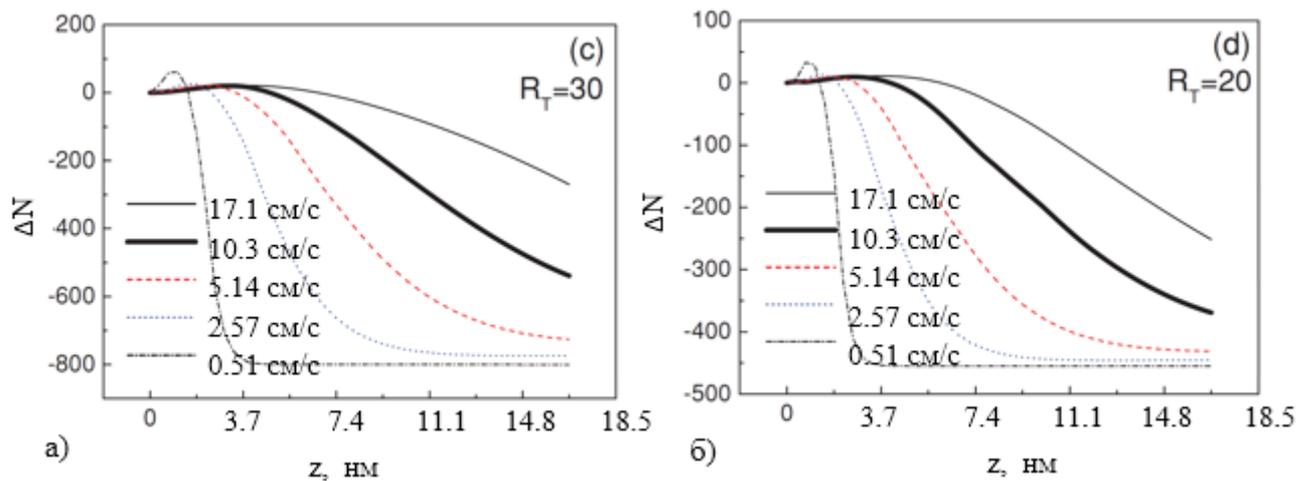


Рисунок 1.17 – Разница между числом молекул, находящихся в переходном состоянии и числом молекул в начальном состоянии при $z = 0$ для радиусов кривизны иглы 30 нм (а) и 20 нм (б).

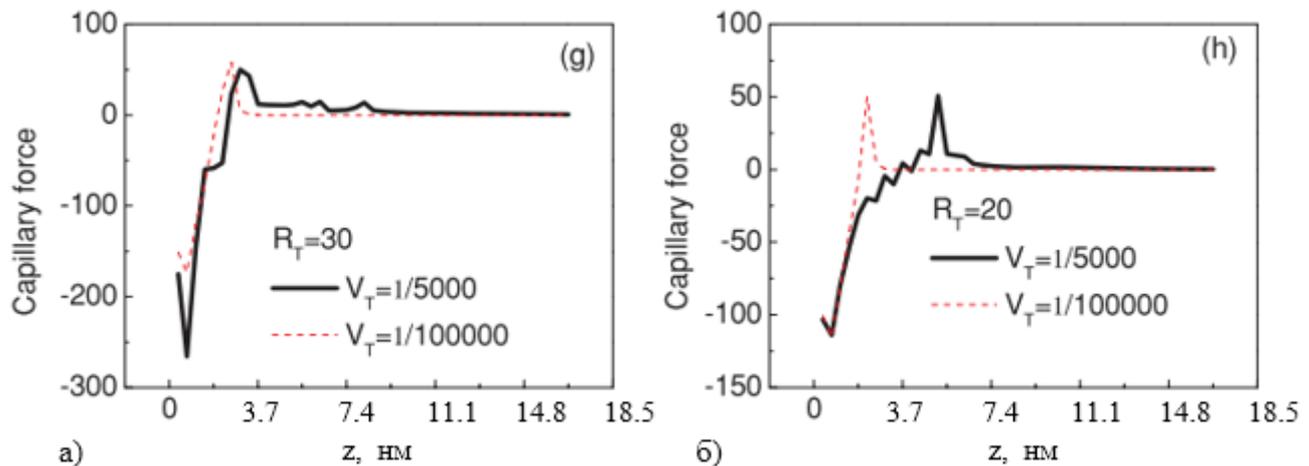


Рисунок 1.18 – Зависимость капиллярной силы от расстояния между образцом и зондом для радиусов кривизны иглы 30 нм (а) и 20 нм (б).

Также в данной работе [40] было проанализировано влияние изменения относительной влажности и энергии взаимодействия зонд-жидкость W_t на критическое расстояние отрыва d_{off} в зависимости от скорости отвода зонда, а также на разницу молекул, находящихся в переходном состоянии и числом молекул в начальном состоянии при $z = 0$ в зависимости от

расстояния зонд – образец. Для всех описанных ниже численных экспериментов радиус кривизны иглы был выбран равным 30 нм. Результаты экспериментов представлены на рисунках 1.19 и 1.20.

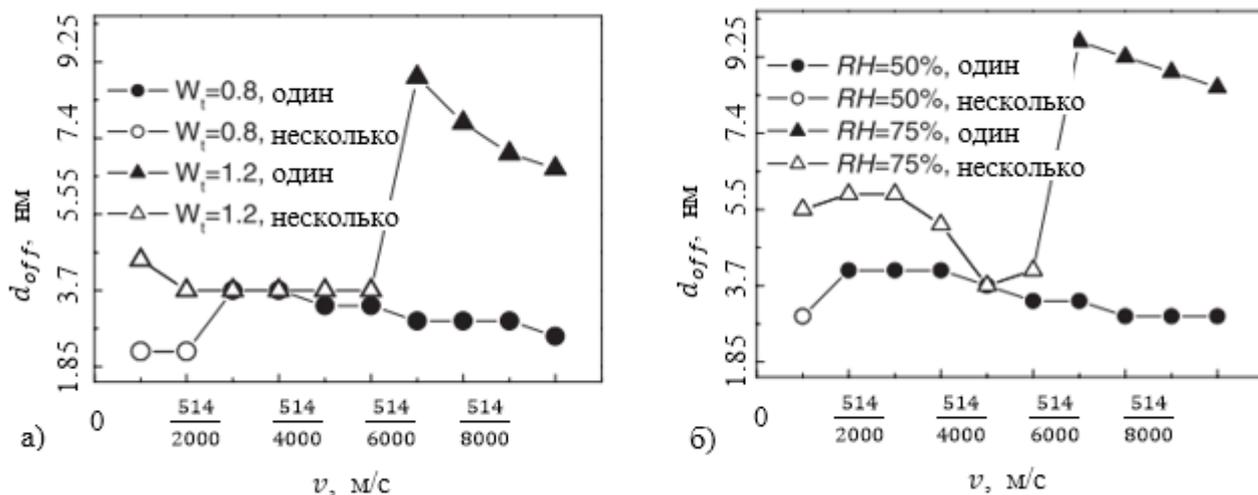


Рисунок 1.19 – Зависимость расстояния отрыва от скорости отвода сферы (зонда) от поверхности для различных величин энергий взаимодействия зонд – образец (а), и различных значений влажности (б).

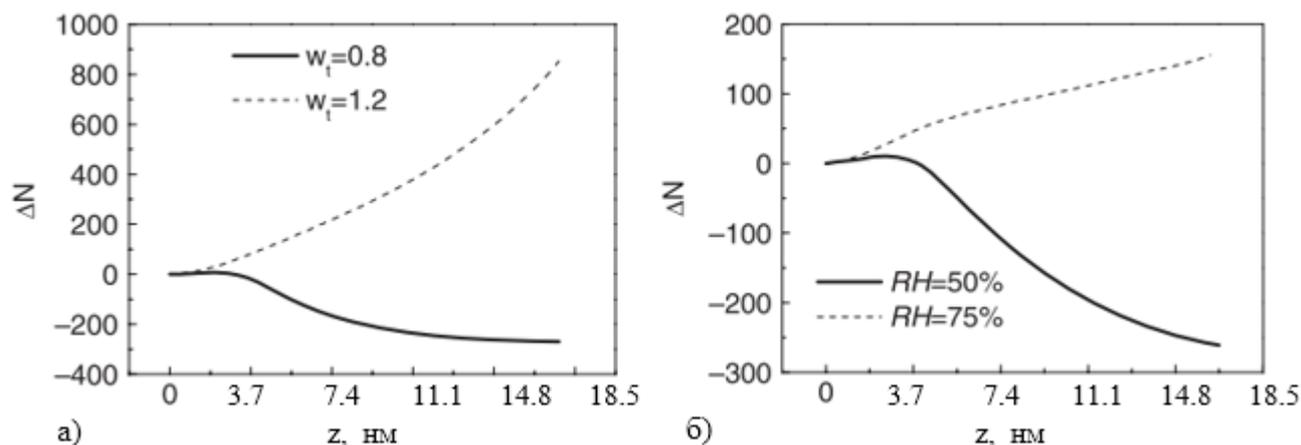


Рисунок 1.20 – Разница между числом молекул, находящихся в переходном состоянии, и числом молекул в начальном состоянии при $z = 0$ для различных величин энергий взаимодействия зонд – образец (а), и различных значений влажности (б).

Приведенные здесь данные дают представление о скоростях отрыва зонда от поверхности, при которых процесс становится неравновесным и уравнение (1.78) перестает быть верным, кроме того, существенно то, что изменяется и геометрия отрывающейся

жидкости – образуется много мостиков, что в свою очередь делает неверным применение уравнения (1.79).

1.6 Данные о толщинах слоев адсорбированной жидкости и оксидов

В работе [42] методами эллипсометрии были оценены толщины слоев воды и ряда других веществ, образующихся на поверхности кремния и слюды при различных значениях «относительной влажности»:

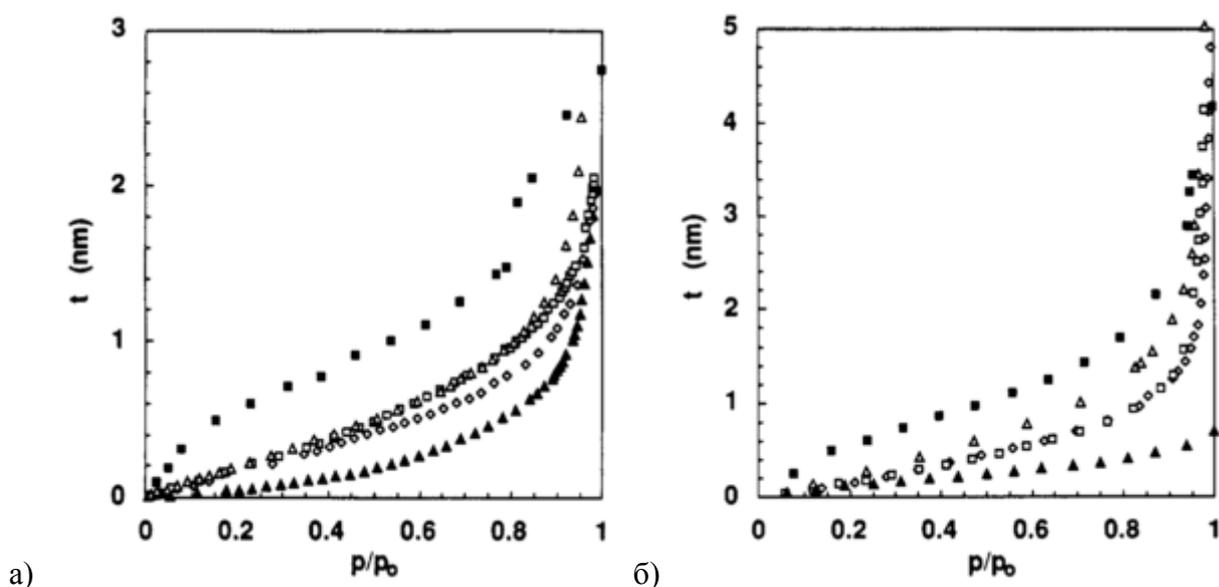


Рисунок 1.21 – Зависимость толщины адсорбированного слоя от относительной влажности. Заполненные треугольники соответствуют экспериментальным значениям для адсорбции воды, незаполненные ромбики – циклогексан, незаполненные квадратики – тетрагидрофур, незаполненные треугольники – п – пентан, заполненные треугольники – октаметилциклотетрасилоксан (ОМСТС) а): подложка из слюды, б): подложка из кремния.

В работе [43] с помощью эллипсометрии были исследованы слои воды, адсорбированные на чистом железе, оксидном покрытии и различных сплавах (St-38, КТ 45). Величина слоя оксида, выросшего в атмосфере (относительная влажность $RH < 60\%$, $T = 300 \pm 2$ К) составляла от 4 нм до 6 нм, Сквозь реакционную камеру со скоростью 13 ± 2 л/ч продувался воздух с относительной влажностью от 60 до 100 %. Результаты полученных значений толщин адсорбированных слоев представлены на рис. 1.22.

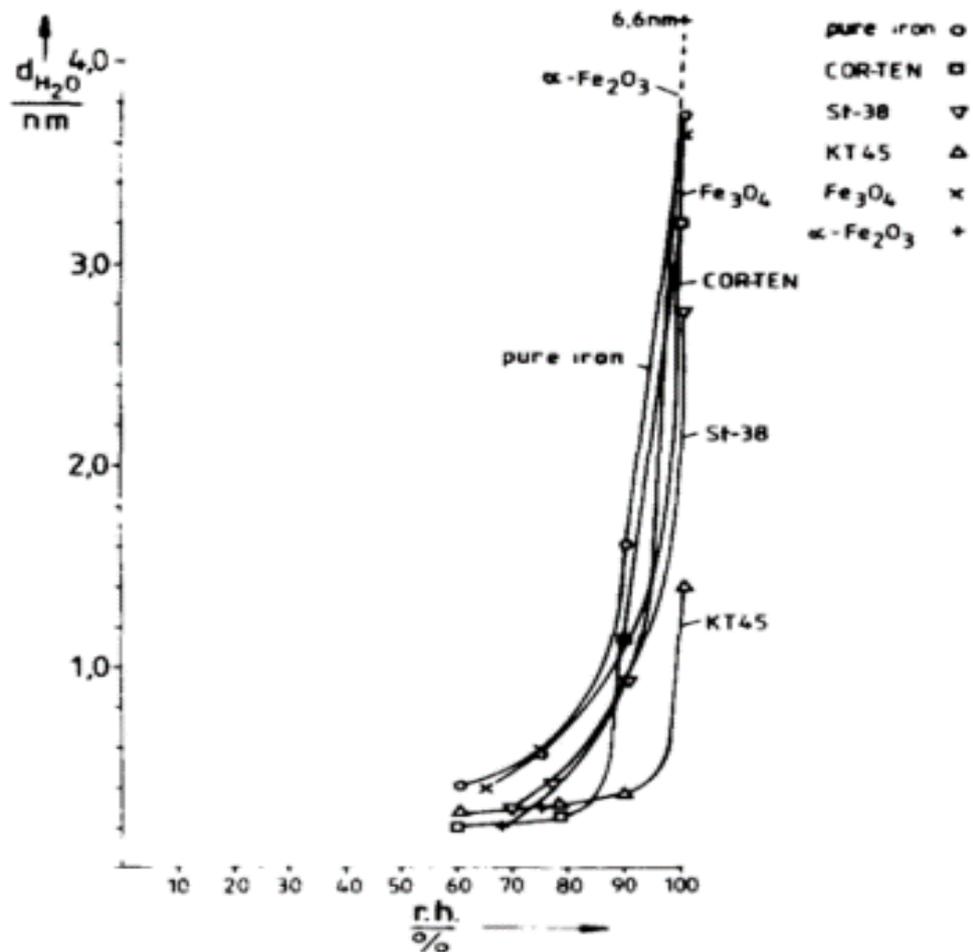


Рисунок 1.22 – Изотерма адсорбции для различных материалов.

Из приведенных данных следует два важных вывода. Первый – слои адсорбированной воды и других летучих веществ могут иметь вполне значимую толщину и их влияние на работу АСМ может быть вполне существенно. И второй – толщина этих слоев, а значит, и влияние могут быть минимизированы путем создания искусственной атмосферы свободной от паров конденсирующихся веществ и использованием гидрофобных или олиофобных поверхностей и острий. При этом придание гидрофобных свойств путем специальной химической обработки поверхности и острия вряд ли можно считать целесообразным, поскольку поверхностно активные вещества склонны к образованию устойчивых пленок на поверхности обработанных материалов и влияние этих пленок может быть вполне сопоставимо с влиянием адсорбированных слоев летучих веществ, присутствующих в окружающей прибор атмосфере. Среди режимов работы сканирующих зондовых микроскопов есть режим работы в жидкости или капле, когда образец, зондирующее острие или весь зонд погружаются в жидкость и исследование поверхности происходит в вязкой среде. В этом случае крайне существенными

становятся гидродинамические потоки и обусловленное ими вязкое трение, демпфирующее колебания зонда. Рассмотрение потерь, обусловленных растеканием слоя вязкой жидкости, находящейся в области контакта острия зонда с поверхностью будет осуществлено в следующей главе.

1.7 Модели, описывающие вязкое растекание жидкости под острием зонда

Учитывая огромное количество работ, посвященных движению кантилевера АСМ или тела, которым можно аппроксимировать кантилевер, в жидкости, представляется целесообразным сосредоточить внимание на конкретной задаче о колебаниях тела в жидкости в непосредственной близости от поверхности и выталкивании данного слоя при касании о поверхность. Предполагается, что тело обладает формой, которой можно аппроксимировать кончик зонда: сферической или параболической. Расстояние от поверхности зонда до поверхности образца обозначается $H(r, t)$. Так как интерес представляют, прежде всего, аналитические решения обратимся к соответствующим уравнениям гидродинамики. В общем случае уравнение движения жидкости записывается в виде [44]:

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

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

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

В предположении, что жидкость является несжимаемой, в пренебрежении действия массовых сил, считая, что толщина слоя много меньше радиуса кривизны зонда ($R \gg h_0$), а число Рейнольдса достаточно велико: $Re \sim R/h_0$ данные уравнения приобретают форму, которая в цилиндрических координатах может быть записана в виде:

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

Данное уравнение в совокупности с граничными условиями:

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

приобретает вид:

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

Данный вид уравнения Рейнольдса широко распространен в теории смазки: согласно [45] данная зависимость (выраженная в декартовых координатах) является наиболее цитируемой формой уравнения Рейнольдса в литературе. Решение о выдавливании жидкости круговыми пластинками ($H(r, t) = H(t)$) можно найти в учебнике по гидродинамике [46]. Данное уравнение было также решено и для применения в задачах, связанных с работой МЕМС и АСМ: в работе Sader [47] предполагалось что осциллирующее тело обладает цилиндрической формой, в работах Vinogradova [48,49] предполагалось, что кантилевер АСМ имеет форму балки.

Решение для сферических тел, сталкивающихся в жидкости, было получено в работе [50]. Предполагалась, что соударяющиеся области можно приблизить параболической зависимостью. Считая, что расстояние между частицами описывается в виде $h(t) + \beta r^2$ (слагаемое βr^2 аппроксимирует поверхность сферы радиуса $a = \frac{1}{2\beta}$), можно получить соответствующее выражение для силы:

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

Стоит отметить, что написанные в данном разделе выражения относятся к бесконечному слою жидкости, однако с добавлением граничного условия, учитывающего конечную толщину слоя, становится возможным внести необходимые исправления, что и будет сделано в главе 6. Интересным моментом является тот факт, что соединения данного решения со Стоксовым решением вида

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

верным при больших удалениях сферы от поверхности, можно провести аналитически [51], а также аппроксимировать [52] чрезвычайно простой зависимостью, представляющей собой просто сумму Стоксового решения и (1.92):

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

Максимальное отличие данной формулы от решения [51] наблюдается при $\frac{1}{2\beta h(t)} = 0.55$ и составляет 6.4%.

Принципиальным является тот факт, что чисто вязкое решение (1.92) устремляется в бесконечность при $h(t) \rightarrow 0$, если только скорость в момент касания не равна нулю и обеспечивает конечность выражения $\frac{\dot{h}(t)}{h(t)}$. Очевидно, что такое поведение нефизично. Пожалуй, самая главная причина состоит в том, что граничные условия (1.90) подразумевают прилипание жидкости к поверхности образца и иглы. Для объяснения явления проскальзывания жидкости на границе твердое тело – жидкость вводится понятие длины проскальзывания λ (Максвелла - Навье). Достаточно полный обзор, содержащий как экспериментальные, так и теоретические расчеты данной величины методами молекулярной динамики можно найти в [53]. Ниже представлен рисунок, объясняющий физический смысл λ .



Рисунок 1.23 – К объяснению явления проскальзывания жидкости на границе с твердым телом: профили скоростей жидкости для различных длин проскальзывания λ . (рисунок адаптирован из [53]).

С изменением граничных условий новое решение уравнения (1.89) можно записать в виде [54]:

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

где [55]

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

Таким образом, устраняется расходимость решения при нулевых толщинах выдавливаемого слоя, однако появляется новый параметр, зависящий как от свойств выдавливаемой жидкости, так и от свойств сближающихся поверхностей.

1.8 Теория и модели вязкоупругого взаимодействия

Исторически сложилось так, что понятие линейной вязкоупругости появилось с введением Максвеллом уравнения, связывающего напряжения σ и относительное растяжения ε (см. напрмер [56]):

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

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

Позднее Мейер [57] ввел уравнения, связывающие сдвиговые деформации σ , напряжения σ , а также слагаемое, обусловленное вязкими свойствами среды:

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

Данное уравнение в настоящее время называется уравнением Кэльвина-Фойгта.

Физическое поведение данных систем различно. Реакция на изменение напряжения и деформации согласно модели Максвелла представлена на рис. 1.24. Из данных рис. 1.24 а) видно, что скачкообразное изменение напряжения приводит к текучести («крипу»): происходит изменение деформации при отсутствии изменения напряжения, причем скорость этой деформации постоянна – данное модельное представление приводит к возможности бесконечного удлинения образца при приложенном постоянном напряжении. После снятия приложенного напряжения происходит полностью упругое восстановление. При резком уменьшении деформации происходит экспоненциальный спад напряжения (рис. 1.24 Б).

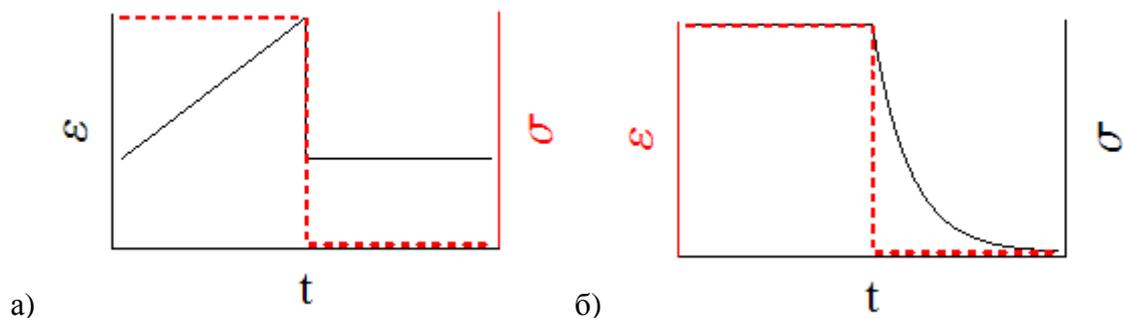


Рисунок 1.24 – Изменение напряжения и деформации согласно модели Максвелла: (а) реакция на изменения напряжения, приложенного в момент времени $t=0$. (б) реакция на изменение деформации в момент времени отличный от нуля.

В отличие от среды Максвелла, резкое изменение приложенного напряжения в среде, описываемой моделью Кельвина-Фойгта, приводит к неупругому восстановлению (рис. 1.25). Реакция на скачкообразное изменение деформации для данной среды не приведена, т.к. в данном случае не возникает релаксационного изменения напряжения: оно остается равным нулю как до, так и после деформации среды.

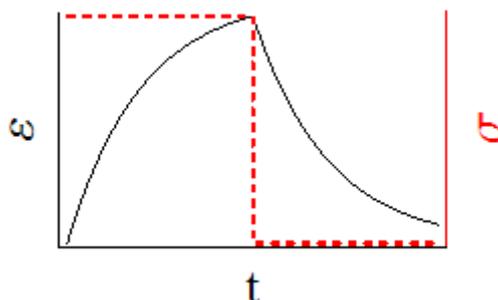


Рисунок 1.25 – Реакция модельной среды Кельвина-Фойгта на мгновенное изменение напряжения, приложенного в момент времени $t=0$.

Работы Максвелла и Мейера были раскритикованы Больцманом [56] за недостаток общности. Им был сформулирован принцип суперпозиции. Основная идея данного принципа связана с взаимной независимостью последовательных происходящих с материалом событий. Физический смысл принципа Больцмана состоит в том, что структура и свойства материала не меняются с деформацией [58]. Математической формулировкой принципа Больцмана являются уравнения Больцмана-Волльтерры:

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

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

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

Можно отметить, что среды Максвелла и Кельвина-Фойгта часто изображаются в виде параллельно и последовательно соединенных упругих и вязких элементов (пружинок и демпферов) (см. например [58]). Соответствующие схемы для моделей Максвелла и Кельвина-Фойгта представлены на рисунке 1.26. Более сложные системы содержат большее число элементов: пример среды с запаздывающей упругостью [9] представлен на рис. 1.26 в).

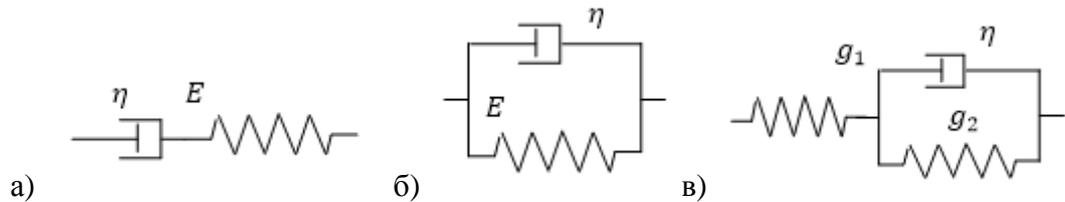


Рисунок 1.26 – Различные реологические модели: а) - модель Максвелла, б) – модель Кельвина-Фойгта, в) – модель среды с запаздывающей упругостью.

В общем случае для образцов, зависимости напряжения и деформации которых представляются с помощью соединенных между собой элементов Максвелла и Кельвина-Фойгта, можно написать общее уравнение, связывающее деформации и напряжения:

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

Эти уравнения являются дифференциальным аналогом уравнений (1.99), (1.100). Уравнения (1.99), (1.100) и (1.101) являются одномерными, их трехмерные аналоги можно найти в [59], они получаются заменой одномерной величины на соответствующий тензор ($\varepsilon \rightarrow \varepsilon_{i,j}, \psi \rightarrow \psi_{i,j,k,l}$ и т.д.). Так как дальнейшее рассмотрение проводится для изотропных материалов, ниже приводится трехмерный аналог уравнения (1.101) для изотропной среды [60]:

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

Первое уравнение системы (1.102) девятиорные части тензоров растяжения и деформации (индекс d), вторая часть – шаровые (индекс v).

После установления связи между тензором напряжений и деформаций возникает необходимость найти решение данных уравнений. Ли [61] предложил принцип вязкоупругого соответствия, суть которого сводится к применению дифференциальных уравнений, связывающих тензоры деформации и напряжения преобразованиями Лапласа, после чего получается фиктивная упругая задача. Так применение преобразования Лапласа к уравнениям (1.102) приведет к уравнениям вида:

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

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

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

$$\widehat{K}(s) = \frac{\sum_{i=0}^{i=I_2} q_i^d s^i}{\sum_{i=0}^{i=I_1} p_i^d s^i}. \quad (1.105)$$

Если записать граничные условия в виде [62]:

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

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

где $\widehat{\varepsilon_{ij}^d}(s) = \frac{1}{2} \left[\frac{\partial \widehat{u}_i(s)}{\partial x_j} + \frac{\partial \widehat{u}_j(s)}{\partial x_i} \right]$, Γ_T – область, где задана сила, Γ_U – область, где задано смещение, x – пространственная координата, то в случае возможности решения описанных выше уравнений для компонент $\widehat{u}_j(\widehat{x}, s)$ и $\widehat{\sigma}_{ij}(\widehat{x}, s)$, решения $u_j(x, t)$ и $\sigma_{ij}(x, t)$ получаются обратным преобразованием Лапласа. Однако, такое решение возможно только тогда, когда взаимодействие между Γ_U и Γ_T не изменяется со временем. Radok и Lee [63] используя подход, предложенный ранее Radok [64] на примере задачи о внедрении сферы в вязкоупругую

поверхность, расширили метод преобразований Лапласа для случая растущей площади контакта. Соотношения между напряжением и деформацией были представлены в виде

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

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

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

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

Т.е. если, например, девиаторные напряжения и деформации связаны соотношениями

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

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

то соотношения между силой и углублением можно представить в виде:

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

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

Данный подход может быть применен и для другой геометрии взаимодействующих тел; одним из основных моментов данного метода является замена при интегрировании давления текущего значения радиуса контакта на максимальный. Такое изменение не вносит погрешности в ответ, т.к. давление вне текущей области контакта равно нулю, однако метод ограничивается только взаимодействием с растущей площадью контакта.

Данное противоречие исследовалось в работах [65–67], а также описано в [9]: если в момент времени t радиус контакта равен $a(t)$ и уменьшается, а в предыдущие моменты времени вплоть до момента $t_1 < t$ увеличивался и $a(t_1) = a(t)$, то распределение контактного давления зависит от изменения контактного радиуса только до момента времени t_1 . Данное замечание

позволяет использовать уравнения (1.113) и (1.114) также и для случая произвольно изменяющейся со временем площади контакта.

1.9 Упруго-пластическое столкновение тел.

В настоящее время существует много моделей, посвященных описанию нагрузочной и разгрузочной кривой в процессе индентирования, распределению напряжений при пластической деформации. Для практических оценок динамики сталкивающихся тел, можно воспользоваться понятием коэффициента восстановления, связывающим скорости тел до и после их столкновения. Модельное описание, позволяющее связать данный коэффициент с пределом течения и твердостью материала, можно найти в работе [68].

Существенным результатом данной работы является получение зависимости коэффициента восстановления (реституции) $e = \frac{V_r/V_y}{V_i/V_y}$ от параметра V_i/V_y , где V_i – начальная скорость тела, врезающегося в другое тело, V_y – предельная скорость, при которой начинается пластическая деформация, V_r – скорость тела после того как прошло упругое восстановление и тела разъединились. Как показано на рисунке 1.27, зависимость $e(V_i/V_y)$ совпадает с результатами для разных материалов, причем результаты включают в себя данные для взаимодействия с полупространством сфер различного диаметра.

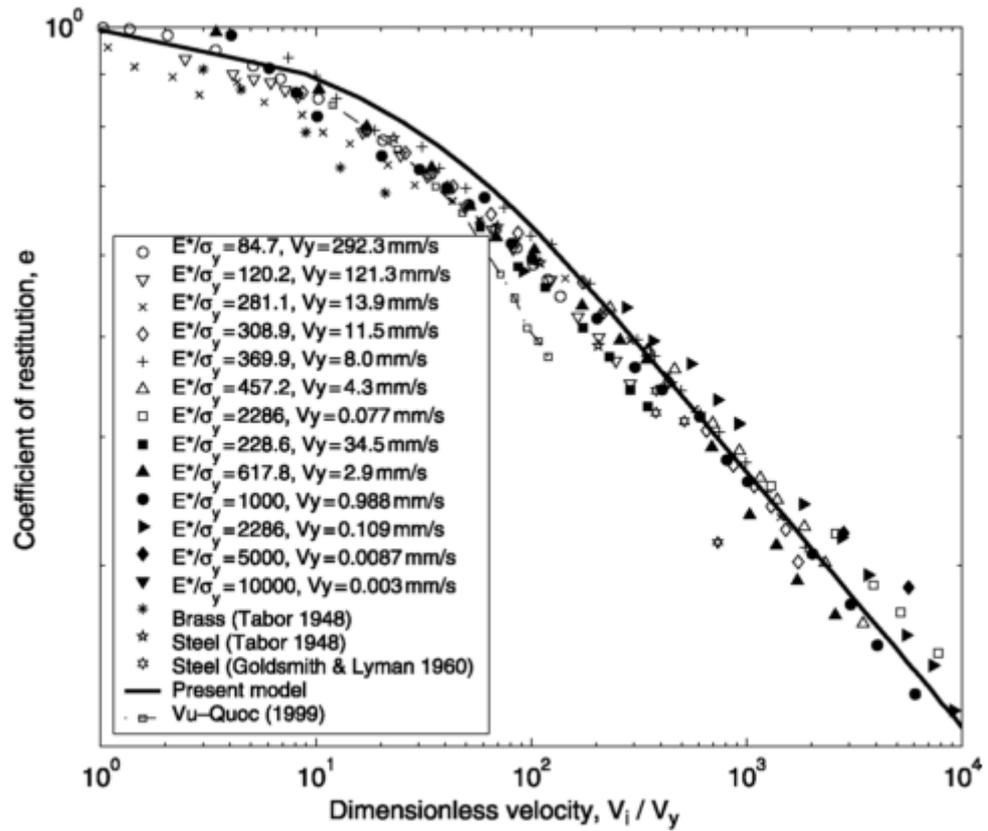


Рисунок 1.27 – Зависимость коэффициента восстановления e от V_i/V_y .

1.10 Сдвиг частоты колебаний зонда в контакте с поверхностью

Модельное рассмотрение осциллирующего зонда было неоднократно проведено для АСМ, основные выражения можно найти, например, в [69]. Базовым подходом является представление зонда в виде системы с сосредоточенными параметрами (массы m , жесткости k и коэффициента демпфирования γ), колебания которой возбуждаются под действием силы $F = F_0 \cos(\omega t)$. Уравнения колебания такой системы вне контакта с поверхностью описываются уравнением:

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

Решение данного линейного уравнения широко известно, его можно найти, например, в [69]. В случае контакта зонда с поверхностью в уравнение добавляется нелинейное слагаемое силы, описывающей взаимодействие кончика иглы с поверхностью $F(z(t), z'(t), t)$. Для упругого взаимодействия данную силу можно представить в виде $F = F(z)$, тогда выражение (1.115) приобретает вид:

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

Решение данного нелинейного дифференциального уравнения можно получить различными способами.

Рассмотрим, насколько это известно, наиболее раннюю работу, рассматривающую решение подобного рода уравнения для АСМ. В работе [70] был рассмотрен случай частотно-модулированной АСМ, при которой колебания зонда возбуждаются на резонансной частоте зонда

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

В таком случае слагаемое $F_0 \sin(\omega_0 t)$ представляет обратную связь, которая поддерживает постоянную амплитуду колебаний. Данное возбуждающее воздействие имеет сдвиг фаз $\pi/2$ к перемещению зонда $x(t)$ [71]. Таким образом, сила $F_0 \sin(\omega_0 t)$, возникающая в результате работы обратной связи, фактически компенсирует слагаемое $\gamma z'$ в левой части уравнения (1.116) и данное уравнение приобретает вид:

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

Тогда, согласно [70] с помощью подхода Гамильтона-Якоби, в приближении $|F| \ll kA$, где A – амплитуда свободных колебаний зонда, резонансная частота f колебаний в контакте определяется выражением:

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

причем имеет место равенство:

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

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

Предполагается, что для усреднения можно считать

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

Альтернативный подход к решению уравнения (1.118) был предложен в работе [72]. Здесь решение было получено исходя из принципа наименьшего действия, при этом предполагалось, что смещение кончика зонда $z(t)$ представлялось в виде ряда:

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

В таком случае показано, что амплитуда n -й гармоники может быть найдена из соотношения:

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

резонансная частота колебаний ω в контакте с поверхностью определяется из выражения:

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

где

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

Как отмечено в данной работе [72], амплитуды колебаний A_n для $n > 1$ обычно на 2-3 порядка меньше A_1 . Пренебрегая данными величинами, а также рассматривая малые сдвиги частот $\Delta f = \frac{\omega - \omega_0}{2\pi} \ll \frac{\omega_0}{2\pi}$, можно сказать, что уравнение (1.120) фактически задает такой же сдвиг частоты, что и уравнения (1.124), (1.125), если принять $A_1 = A$.

Следующим шагом в развитии данного подхода естественным образом является получение зависимостей сдвига резонансной частоты для конкретного вида силы $F(z)$. В работе [73] было получено выражение для контакта зонда с поверхностью по модели Герца (1.27), для случая неглубокого контакта: $h \ll A$. Здесь можно отметить, что в рамках принятых в данной работе обозначений глубина проникновения h отсчитывается в направлении образца, а z координата направлена вертикально вверх, т.е.: $h = \begin{cases} 0, z \geq 0 \\ -z, z \leq 0 \end{cases}$. С описанными выше ограничениями выражение для сдвига частоты имеет вид:

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

Обозначение «tip» указывает на то, что используется радиус острия. В работе [74] выражение (1.120) было применено для нахождения сдвига резонансной частоты в случае взаимодействия по законам $F(z) = C/z^n$ (потенциал Леннарда-Джонса, сила Ван-дер-Ваальса, электростатические и магнитные силы), $F(z) = F_0 e^{-kz}$ (потенциал Морзе), $F(h) = C \cdot h^m$ (упругие контактные силы, а также адгезионный контакт по модели DMT при $m = 0$ см. (1.34)). Учитывая, что первый случай относится скорее к бесконтактному режиму сканирования, второй также соответствует бесконтактному сканированию в туннельном режиме (СТМ),

интерес представляет именно случай контактного взаимодействия ($F(h) = C \cdot h^m$), для которого выражение (1.120) приводит к зависимости:

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

В заключение можно отметить, что зависимость (1.120), (а также (1.126), (1.127)) была выведена разработчиком камертонных датчиков QPlus [75] Franz J. Giessibl, и так как датчик не регистрирует силу взаимодействия, эти формулы были выведены прежде всего для оценки сил взаимодействия [70,73] и интерпретации изображений, полученных в режиме частотно-модулированной атомно-силовой спектроскопии [74].

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

Таким образом, исходя из обзора литературных источников видно, что все основные явления, наблюдающиеся в области контакта острия зонда с поверхностью, известны и поддаются аналитическому рассмотрению. Поэтому основной задачей данной диссертационной работы стало применение известных подходов к конкретным условиям работы сканирующих нанотвердомеров с резонансным возбуждением колебаний чувствительного зонда.

Глава 2 Принципы работы нанотвердомеров

В настоящее время производится ряд нанотвердомеров, существенно отличающихся по цене и набору реализуемых методик измерения. Наиболее полный набор функциональных возможностей, предусмотренных стандартом на инструментальное индентирование, реализован в таких приборах как Nysitron и Agilent. По общему числу поддерживаемых методик лидируют приборы семейства «НаноСкан». Данная особенность этих приборов обусловлена, в первую очередь, гибкостью их программного обеспечения и множественной адаптацией под требования заказчика.

Некоторые из существующих в настоящее время твердомеров поддерживает не только полный набор методик, связанных с инструментальным индентированием, но и процедуры, связанные с трибологическими измерениями, а также измерениями методами склерометрии (эти специальные методики не рассматриваются в данной диссертации). Для настоящей работы интерес представляют, прежде всего, методы динамического индентирования, в которых при монотонном внедрении в поверхность к силе добавляется гармоническая составляющая. Основное внимание при этом будет уделено возможности картографирования механических свойств материала в процессе сканирования формы его поверхности. Естественно, что при всех подобных измерениях используются модельные представления об инденторе, поэтому в данной главе рассматриваются конструкции основных нанотвердомеров, а затем приводится рассмотрение описанных выше функций.

2.1 Описание конструкций приборов

В любом приборе, реализующем измерение твердости методом наноиндентирования, существует элемент, позволяющий приложить усилие к образцу (актюатор), а также сигнал, позволяющий получить информацию о смещении зонда относительно образца.

Одним из наиболее распространённых способов задания силы является электромагнитный привод (рис. 2.1а). Такой принцип реализован в приборах Keysight G200 (США, до осени 2014 года являлся продуктом компании Agilent). Принципиальная схема данного прибора представлена на рисунок 2.1б.

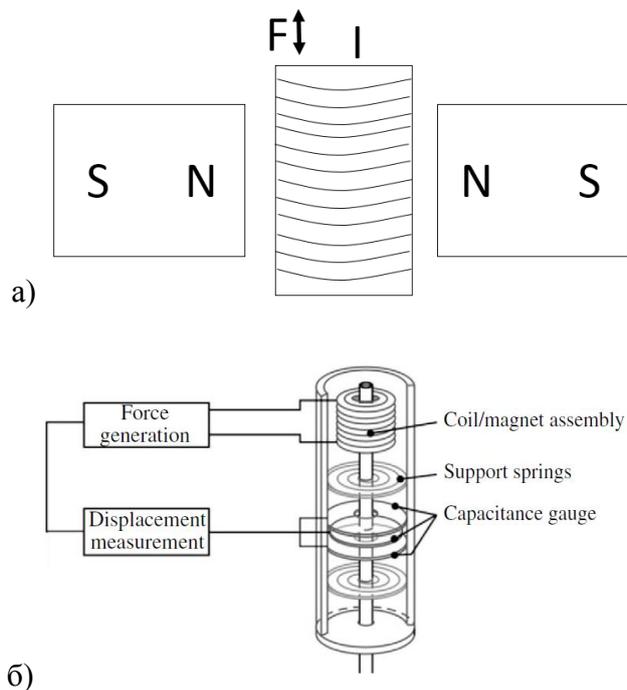


Рисунок 2.1 – а) Схема преобразователя

б) Устройство прибора Keysight (Agilent) G200 [76].

Принцип работы данного актюатора достаточно прост: катушка, закрепленная на штоке, находится в поле B постоянного магнита; при протекании электрического тока I по катушке возникает сила $F = NBIl$, где N – количество витков в катушке, l – длина провода, приходящаяся на один виток. Таким образом, для приложения нужной силы к системе подвеса достаточно лишь подать ток известной величины. Путем калибровки коэффициента NBl можно не только задавать силу, но и знать ее величину. Данный способ задания силы позволяет прикладывать большие нагрузки, однако это требует большой величины питающего тока и приводит к нагреву системы и, как следствие, термодрейфам, вызванным температурным расширением элементов конструкции.

Как уже было показано на рисунке 2.1, в паре с данным актюатором необходимо использовать устройство, регистрирующее смещение. В приборе Keysight G200 для этих целей используется емкостной датчик.

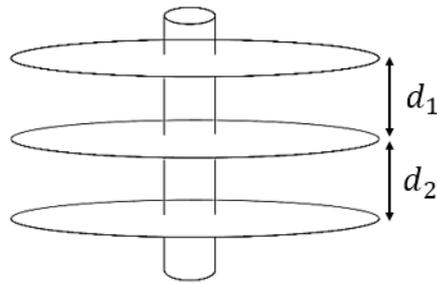


Рисунок 2.2 – Дифференциальный конденсатор, используемый для регистрации смещения.

Принцип работы емкостного датчика основан на измерении изменения емкости конденсаторов, образующих измерительную систему. Электрическая схема, работающая в паре с данным элементом, должна измерять разницу $\Delta C = C_2 - C_1$ между емкостями двух рабочих конденсаторов. Рассмотрим рис. 2.2 и будем считать $d_1 = d_0 - \Delta d$, а $d_2 = d_0 + \Delta d$. В таком случае $\Delta C = \frac{\varepsilon\varepsilon_0 A}{d_0 - \Delta d} - \frac{\varepsilon\varepsilon_0 A}{d_0 + \Delta d} \approx 2 \frac{\varepsilon\varepsilon_0 A}{d} \left(\frac{\Delta}{d} + \frac{\Delta^3}{d^3} \right)$. Здесь A – площадь пластин конденсатора. Для малых перемещений $\Delta \ll d$ кубическое слагаемое $\frac{\Delta^3}{d^3}$ можно не учитывать, тогда по изменению емкости можно судить о смещении штока, исходя из простого соотношения $\Delta C \sim \Delta$. Данный способ регистрации сигнала является более точным по сравнению с пьезоэлектрическими и пьезорезистивными датчиками, однако в то же время является более затратным в плане изготовления датчика и электрической схемы съема информации о смещении.

Аналогично дифференциальному конденсатору устроен электростатический емкостной преобразователь, используемый компанией Hysitron (США) для задания силы (рис. 2.3а).

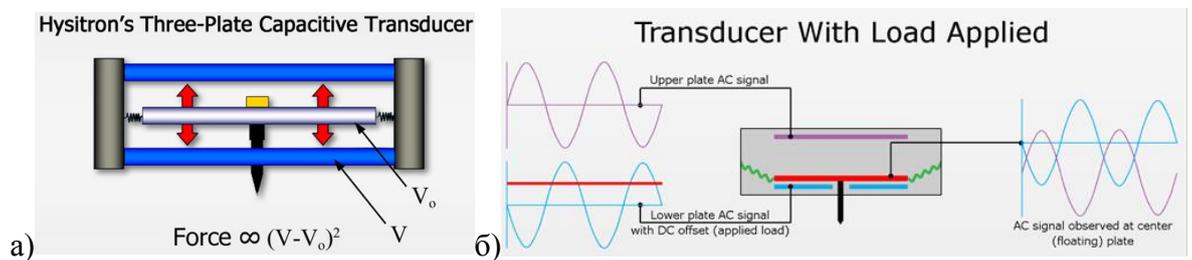


Рисунок 2.3 – а) Схема задания силы б) Схема регистрации смещения.

Принцип работы данного элемента можно объяснить следующим образом: На одну из внешних пластин подается электрическое поле V , отличное от поля V_0 , существующего на

центральной пластине. Заметим, что энергия W , запасенная в конденсаторе: $W = \frac{C(V-V_0)^2}{2} = \frac{\varepsilon\varepsilon_0 A}{2d}(V-V_0)^2$, отсюда с учетом работы совершаемой источником напряжения можно вычислить силу, действующую на среднюю пластину $F = \frac{\varepsilon\varepsilon_0 A}{2d^2}(V-V_0)^2$. Таким образом, подавая постоянное напряжение, можно обеспечить задание силы. По сравнению с электромагнитным, данный метод не приводит к тепловыделению, однако, существенно ограничивает максимально допустимое значение прикладываемой силы. В приборах Nysitron это значение составляет несколько десятков мН. Отрицательным моментом, связанным с электростатической системой нагружения, является нелинейный характер зависимости силы такого актюатора от приложенного напряжения и ее зависимость от текущего значения величины зазора в рабочем конденсаторе.

Описанная выше конструкция также может быть использована для регистрации смещения. Для этого в дополнение к постоянному напряжению к внешним пластинам прикладывают противофазные сигналы с частотой порядка 50 кГц и по изменению напряжения или тока на центральной пластине судят о положении зонда.

Другим распространённым типом датчиков, применяемых для измерения перемещения, является LVDT сенсор (линейный дифференциальный трансформатор с переменным коэффициентом передачи). Принцип работы данного устройства можно понять, следуя [77]. Схематичное изображение данного датчика представлено на рисунке 2.4.

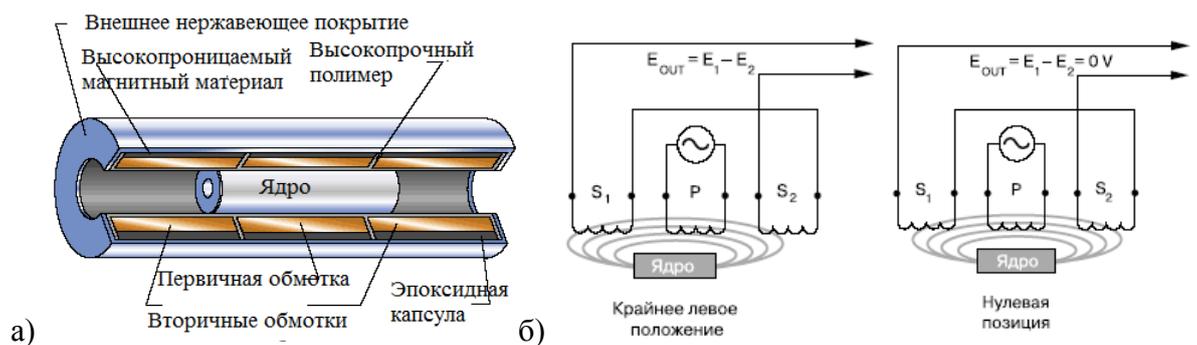


Рисунок 2.4 – LVDT сенсор: а) схема конструкции б) принцип работы.

В центре сенсора расположен подвижный сердечник, выполненный из магнитомягкого материала с высокой магнитной проницаемостью. Через первичную обмотку проходит переменный ток, вторичные обмотки используются для регистрации ЭДС E_{out} , возникающего

при смещении сердечника (см. 2.4б). В результате, пока сердечник не выходит за пределы первичной и вторичных обмоток, зависимость E_{out} от смещения оказывается линейной (рис. 2.4а), однако величина напряжения не зависит от направления смещения. Определить направление можно, если принять в рассмотрение фазу сигнала и осуществить синхронное детектирование напряжения (рисунок 2.5в).

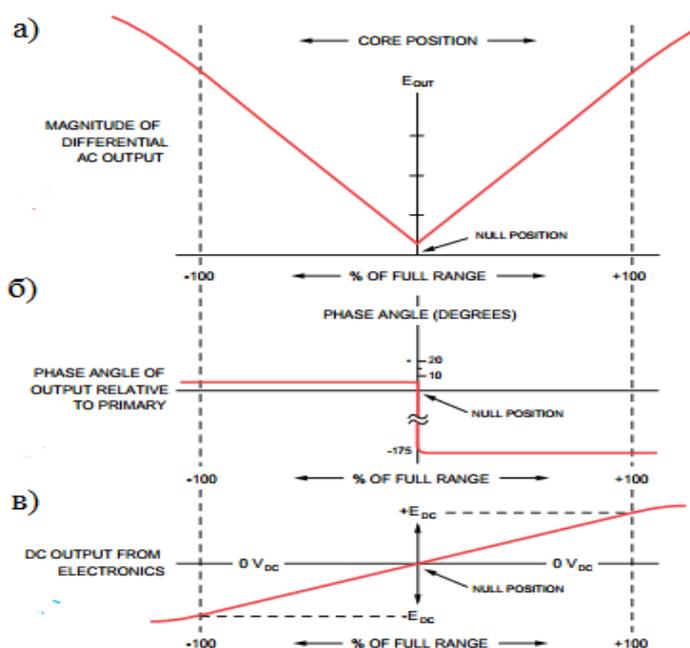


Рисунок 2.5 – а) Зависимость E_{out} от смещения ядра б) фаза выходного сигнала в) выходной сигнал из электроники с учетом фазы.

LVDT сенсоры активно используются в приборах IBIS Nanoindentation System (Fisher Cripps laboratories, Австралия), как для регистрации силы (Force LVDT), так и для регистрации смещения (Depth LVDT). Для измерения силы регистрируется перемещение штока внутри силовой ячейки, которое потом преобразуется в силу с учетом жесткости силовой ячейки. Дополнительно регистрируется абсолютное смещение по отношению к раме (рисунок 2.6).

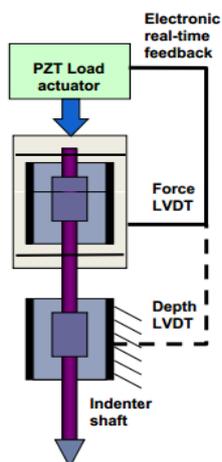


Рисунок 2.6 – Система регистрации силы и смещения в приборах IBIS.

Элементом, задающим смещение штока в приборах IBIS, является пьезокерамика (актюатор на основе цирконата-титаната свинца, PZT Load actuator).

Обратный пьезоэлектрический эффект используется для задания перемещения в линейных трансляторах и сканирующих элементах (XYZ scanning stage). Данные устройства позволяют не только задавать перемещение, но и контролировать их с помощью обратной связи. Обратная связь считывает значение смещения, определяемое емкостным сенсором, установленным в сканирующем элементе, и изменяет подаваемое напряжение для задания нужного смещения.

На Российском рынке широко представлены приборы семейства «НаноСкан». Схематическое изображение зондового узла и принцип работы данных приборов представлены на рисунке 2.7.

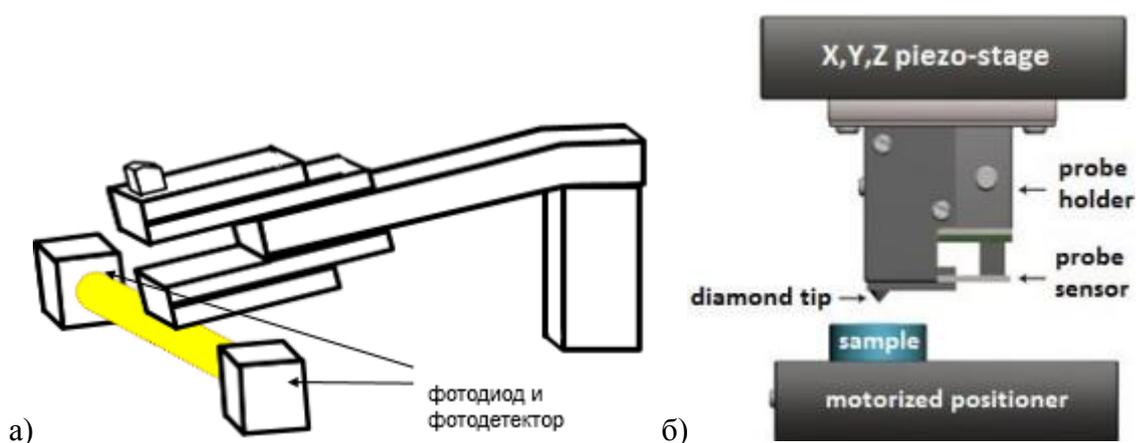


Рисунок 2.7 – Схема задачи смещения (а) и регистрации силы (б) с помощью пьезорезонансного зонда камертонной конструкции прибора «НаноСкан».

Чувствительным элементом этих приборов является пьезорезонансный зонд, его позиционирование и смещение в направлении поверхности осуществляется пьезокерамическим сканером (X,Y, Z piezo stage). Зонд выполнен в форме камертона, каждая веточка которого представляет собой пьезокерамическую биморфную пластину. В процессе индентирования зонд изгибается при контакте с поверхностью. В качестве центральной ножки используется латунная балка, жесткость которой меньше, чем жесткость пьезокерамических ветвей камертона. Изгиб зонда регистрируется фотодетектором по изменению светового потока. В результате сила рассчитывается как $F = k \cdot \Delta x$, где Δx – изгиб зонда, k – его жесткость.

Отдельное место среди устройств, регистрирующих или задающих силу, занимают тензорезистивные датчики. Принцип действия таких устройств основан на тензорезистивном эффекте: при удлинении или сжатии происходит изменение сопротивления материала: $\frac{dR}{R} = S\varepsilon$. Здесь ε – относительное растяжение, S – чувствительность к растяжению, R и dR – сопротивление и его изменение. Подобные датчики обычно предназначены для измерения достаточно больших усилий $\geq 50\text{mN}$. Однако именно эти датчики предлагают использовать в качестве силорегистрирующего узла такие производители инденторов, как Nanovea (патент [78]).

2.2 Зондовые датчики СЗМ «НаноСкан»

Сканирующие нанотвердомеры семейства «НаноСкан» построены по модульному принципу и имеют автономно работающие узлы перемещения и измерения силы. В качестве системы нанопозиционирования и нагружения используются трехкоординатные пьезокерамические столы с диапазоном перемещения в плоскости сканирования 100-200 мкм и 10-20 мкм по высоте рельефа и глубине индентирования. Чувствительным элементом СЗМ «НаноСкан» является пьезокерамический зонд: измеряя его изгиб, определяется усилие прижима, а по изменению частоты автогенераторного тракта определяют изменение частоты его собственных резонансных колебаний. За время развития приборов «НаноСкан» было разработано несколько вариантов компоновки прибора и конструкций зондов, способных работать как в статическом, так и колебательном режиме.

В патенте RU 2108561 С1 (опубликован в 1998 году) был описан основной принцип работы прибора: зонд, представляющий одиночный пьезокерамический биморф, закреплялся в держателе (рисунок 2.8 а). Также в патенте предлагался вариант исполнения зонда в виде двух биморфов, соединенных в камертон (рисунок 2.8 б)

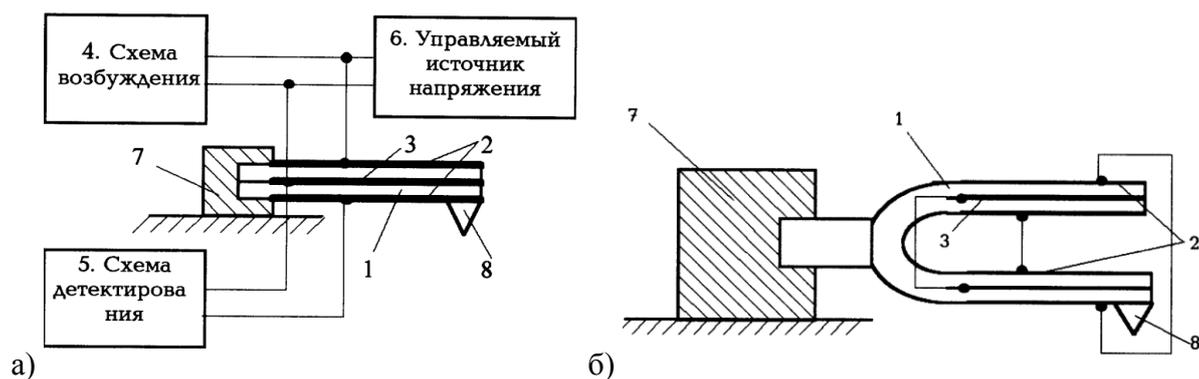


Рисунок 2.8 – Варианты исполнения зонда и схема включения в автогенераторную цепь согласно патенту RU 2108561.

Центральный электрод биморфного зонда (обозначен цифрой 3 на рисунке 2.8б) заземлен, на верхний электрод подается напряжение из автогенераторного тракта (выход из «Схемы возбуждения», обозначенной цифрой 4 на рисунке 2.8а), с нижнего электрода происходит снятие напряжение, амплитуда и частота которого детектируется («схема детектирования», обозначена цифрой 5) и затем поступает в автогенераторный тракт.

В дальнейшем происходило развитие конструкции: в патенте RU 2425356 (опубликован в 2011 году) центральная ножка камертонной конструкции также изготавливалась из пьезоматериала, на нее подавалось статическое напряжение, позволяющее проводить изгиб всей камертонной конструкции. Данная конструкция также была развита: центральный стержень изготавливался из латуни. Важным дополнением стало добавление оптического датчика изгиба (патент RU 2442131, опубликован в 2012 году). В рамках данного улучшения, а также с добавлением пьезокерамического сканера, позволяющего приводить зонд в контакт с образцом, что и приводило к его отгибу, стало возможным проводить измерения методом инструментального индентирования. Изображение данного зонда представлено на рисунке 2.9.

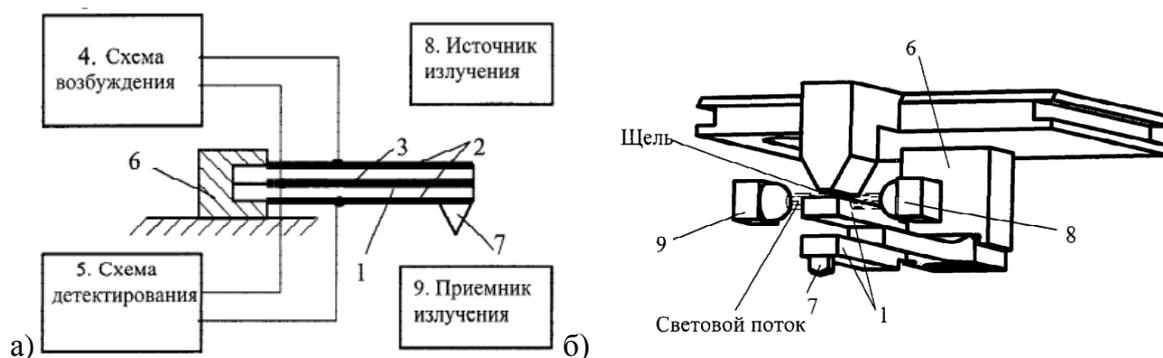


Рисунок 2.9 – Схема включения зонда в автогенераторную цепь (а) и его конструкция (б) согласно патенту RU 2442131.

Также можно отметить, что был разработан П-образный зондовый датчик (RU 2510009, опубликован 20.03.2014), обладающий отличной от описанных выше конструкций. Данное устройство позволяет измерять как нормальную, так и тангенциальную составляющую силы, возникающей при контакте с образцом. Изображение данного устройства приведено на рисунке 2.10.

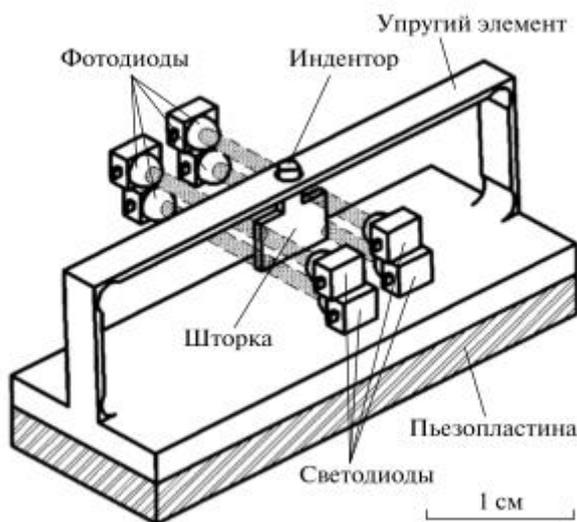


Рисунок 2.10 – П образный датчик [79].

Данное устройство не стало коммерчески доступным изделием, и было опробовано только в лабораторных условиях. Тем не менее, такой тип датчика может быть использован в будущем в том числе с использованием представленных в работе моделей.

Таким образом, основной принцип работы прибора в автогенераторном режиме отражен на рисунках 2.8 а и 2.9 а. Для полноты описания можно заметить, что в реально изготовленных приборах применяются датчики камертонного типа.

2.3 Динамические методы измерений

Вышеперечисленные нанотвердомеры позволяют реализовать довольно много методик измерения различных механических и электрических свойств образцов: начиная от специальных методов характеристики определенного типа объектов, и заканчивая общими методами измерения конкретных физических величин, например, такими как наноиндентирование. Непосредственное отношение к настоящей работе имеют методы измерения, в которых зонд совершает колебательные движения. Анализ совместной информации о подаваемом в таком режиме воздействии и регистрируемом отклике позволяет получать дополнительную информацию о свойствах образца или же осуществлять регулирование положения зонда во время сканирования. Именно такие методы, которые можно условно назвать динамическими, описаны ниже.

2.3.1 Непрерывное измерение жесткости.

Большинство подобных методов связаны с непрерывной регистрацией жесткости системы зонд + поверхность в процессе погружения зонда в образец. В нанотвердомерах Keysight G200 этот метод так и называется: continuous stiffness measurements (CSM), в приборах Hysitron тот же метод имеет другое название: dynamic measurements analysis (DMA). Рассмотрим принцип, лежащий в основе измерений методом CSM.

Согласно [80], индентирующая головка представляется в виде, изображенном на рисунке 2.11 (конструкция головки изображена на рис 2.1).

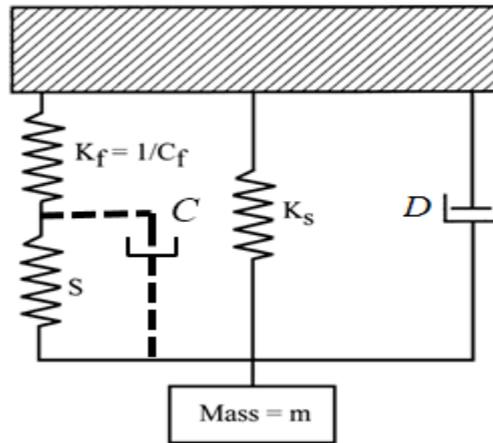


Рисунок 2.11 – Модельное представление индентирующей головки Keysight (Agilent) G200 в контакте с образцом. Изображение из работы [80] модифицировано с учетом вязкости образца (см. [81]), соответствующий элемент изображен пунктиром.

В данной модели пружина с жесткостью K_s является модельным представлением упругого элемента (подвеса), на котором закреплен шток индентора (см. элемент «Support Springs» на рис. 2.1). Символом m обозначена эквивалентная масса штока с иглой, которая также учитывает массу части упругого элемента, совершающего движение. Символом D обозначен коэффициент демпфирования (коэффициент пропорциональности силы и скорости), обеспечивающий колебательной системе конечную добротность упругий элемент – массивный шток. В работе [80] наличие демпфирования было обусловлено сжатием воздуха между пластинами конденсатора, измеряющего перемещения, однако можно предположить и другие причины его возникновения, например связанные с тем, что подвес не является идеально упругим, поэтому данное значение можно рассматривать как некоторый эмпирически определяемый коэффициент. Символом K_f обозначена жесткость всей рамы, на которой закреплена индентирующая головка и располагается образец, данное значение обычно на несколько порядков ($\sim 10^3$) больше жесткости подвеса K_s . Символом S обозначена жесткость образца. В работе [80] вязкие свойства образца не рассматривались, однако метод CSM позволяет их измерять и, в соответствии с [81], дополнительно введен элемент с коэффициентом демпфирования C , соответствующий вязкости образца, он обозначен пунктиром.

В пренебрежении податливостью системы крепления для данной модели имеет место уравнение:

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

При этом возбуждающее воздействие имеет вид: $F(t) = F_0 \sin(\omega t)$. Решение данного дифференциального уравнения имеет вид: $h = h_0 \sin(\omega t + \varphi)$, причем имеет место равенство:

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

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

Таким образом, при заданной силе F_0 , измеренной фазе φ и смещении h_0 , а также при откалиброванных значениях D , K_s и m возможно вычисление жесткости контакта S , а также коэффициента демпфирования образца C . Следуя работе [81] в случае, когда $S \ll K_s$ и $C \ll D$:

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

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

Вычисление модуля упругости E' и модуля потерь E'' производится по формулам:

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

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

где A – значение функции формы площади, соответствующее контактной глубине h_c .

Описание аналогичного метода измерений, реализованного в приборах Hysitron под названием DMA можно найти в работе [82].

2.3.2 Картографирование механических свойств поверхности.

Функция сканирования позволяет отнести нанотвердомер к СЗМ, модельное описание которого достаточно схоже или совпадает с соответствующими подходами, используемыми в АСМ. Картографирование механических свойств поверхности в процессе сканирования АСМ достаточно широко развито, и поэтому представляется целесообразным привести соответствующее рассмотрение. Рассмотрим методики, позволяющие получить карту модуля упругости.

Одними из наиболее распространенных являются режимы измерения HarmoniX [83,84] и PeakForce QNM [85], реализованные в АСМ Bruker. В режиме HarmoniX сканирование поверхности производится Т-образными зондами, сила взаимодействия зонда с образцом восстанавливается по спектру торсионных колебаний, PeakForce QNM является более новой методикой, в которой записывается и обрабатывается непосредственно кривая сила-перемещение, полученная в процессе удара зонда в образец. Для получения модуля упругости обе методики используют предположение адгезионно-упруго взаимодействия, следующего модели DMT (см. уравнение (1.37)). К недостаткам этой методики можно отнести тот факт, что для достаточно острых зондов, используемых в АСМ происходит пластическая деформация образца, которая не учитывается моделью и искажает результаты [86].

Силы, возникающие при сканировании поверхности наноиндентором, обычно больше таковых, возникающих при сканировании поверхности с помощью АСМ, а типичные радиусы кривизны инденторов для наноиндентора (~50-100 нм) обычно на порядок больше таковых для зондов АСМ (~10 нм). Данные обстоятельства служат аргументами в пользу того, чтобы рассматривать взаимодействие между иглой индентора и образцом как чисто упругое. Именно упругое рассмотрение взаимодействия по модели Герца (см. уравнение (1.27)) используется для получения карт модуля упругости в приборах Hysitron [87]. Так как глубина контактного взаимодействия при сканировании неизвестна, применяется подход, аналогичный методу непрерывного измерения жесткости: к приложенной силе добавляется модуляция по синусоидальному закону. По измеренным амплитудам силы F_0 и смещения h_0 вычисляется контактная жесткость S (см. формулу (2.4)), а затем и мнимая и действительная компоненты модуля упругости (формулы (2.6) и (2.7)). Здесь можно отметить, что данные соотношения ((2.6) и (2.7)) следуют из модели Герца и, фактически, представляют зависимость (1.70) и имеют такой же смысл – контактная жесткость при взаимодействии плоского образца с телом в форме параболоида вращения, никакого индентирования не происходит. Таким образом, площадь A уже не имеет смысла площади остаточного отпечатка и не соответствует площади сечения иглы на расстоянии h_c от кончика, а вычисляется из радиуса контакта a , ($A = \pi a^2$), который в свою очередь находится из модели Герца:

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

Таким образом, при сканировании регистрируются сила и контактная жесткость F_0/h_0 , которые пересчитываются по модели Герца в модуль упругости E^* . Дополнительная

регистрация сдвига фаз позволяет разделить данное значение на синфазную и парафазную компоненты – модуль упругости E' и модуль потерь E'' .

Аналогичный метод реализован и в приборе G200 Keysight [88]. Следует отметить, что в этой работе предложено практически невыполнимое условие чистого упругого контактного взаимодействия: даже для относительно тупой иглы с радиусом закругления 500 нм при работе в чисто упругом режиме для большого количества материалов сила взаимодействия не должна превышать долей мкН. При этом естественно должно также соблюдаться требование к гладкости поверхности: ее локальная кривизна должна быть намного меньше кривизны зонда. Тем не менее, методика, примененная к сканированию углеродных волокон в матрице привела к адекватным значениям модуля упругости, по крайней мере, для волокон, что показывает ее применимость для случая, когда в области контакта присутствует пластика, но он остается преимущественно упругим.

Из представленного обзора 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 допускают возможность резонансного возбуждения зонда и контроль как постоянной, так и переменной составляющих силы и перемещения, поэтому результаты проведенного далее анализа применимы ко всему классу приборов, а не только к приборам семейства «НаноСкан».

Исходя из особенностей конструкции сканирующих нанотвердомеров, можно выделить следующие задачи, требующие теоретического рассмотрения: анализ электромеханических характеристик пьезорезонансного зонда камертонной конструкции, рассмотрение работы автогенераторной схемы возбуждения колебаний зонда, учет влияния сил, возникающих в области контакта алмазного острия зонда с исследуемым материалом, на параметры автоколебаний, оценка влияния слоя вязкой жидкости, находящегося на поверхности образца, на демпфирование резонансных колебаний зонда, создание физических моделей, позволяющих картографировать механические и электрические свойства наноструктурированных материалов методом кривых подвода и во время сканирования формы поверхности.

2.4 Измерения методом ультразвукового контактного импеданса

Существует достаточно широкий ряд приборов, позволяющий проводить контроль твердости материала методом ультразвукового контактного импеданса.

Объяснение сути данного метода можно начать с рассмотрения конструкции прибора такого типа (приведено на рисунке 2.12).

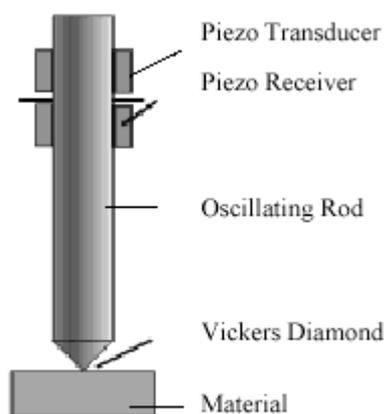


Fig 3: Schematic description of the UCI probe.

Рисунок 2.12 – Устройство, позволяющее проводить измерения методом ультразвукового импеданса [89].

В состав данного прибора входит пьезоэлемент (piezo transducer), возбуждающий колебания штока, а также элемент регистрирующий колебания (piezo receiver). При приведении штока в контакт с образцом происходит изменение частоты колебаний: как следует из работы [90] при заданном модуле упругости твердость исследуемого образца H оказывается пропорциональной приложенной силе F и обратно пропорциональной сдвигу резонансной частоты Δf :

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

Коэффициент пропорциональности зависит от геометрических размеров штока, его модуля упругости а также от модуля упругости иглы. В условиях реального применения для получения твердости образца данный коэффициент получают и используют в виде калибровочной кривой, причем, как это следует из предыдущего объяснения, для материалов с различным модулем упругости необходимо использовать различные кривые. Пример подобных кривых приведен на рисунке 2.13.

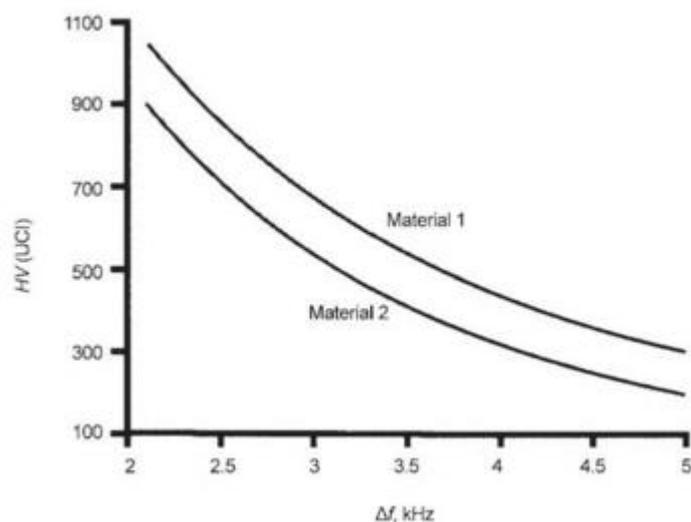


Рисунок 2.13 – Зависимость твердости (в единицах HV) от сдвига резонансной частоты колебаний [91].

Стоит отметить, что соотношение (2.8), полученное в результате серии работ [90,92,93] было выведено исходя из формулы (1.70), причем ее вывод показывался для случаев взаимодействия двух тел в форме параболоидов вращения (формула Герца (1.1)), а также для случая взаимодействия конуса с плоскостью (формула (1.7)). Как было указано ранее (см. раздел 1.4) общность данного результата было показано 1992 году [8], а применимость решения для случая разгрузки из области пластической деформации можно найти в работе [33].

Таким образом, функционирование устройств, проводящих измерение методом ультразвукового контактного импеданса также в конечном итоге основано на соотношении (1.70).

К преимуществам данных устройств можно отнести простоту их применения, к явным недостатком – необходимость априорной информации о модули упругости вещества.

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

Существует много способов использования резонансного зонда для сканирования поверхности и проведения разного рода измерений. В данной работе основное внимание будет уделено автогенераторному методу возбуждения колебаний такого зонда. Такой подход позволяет достаточно просто различить упругую и вязкую составляющую в силах взаимодействия острия зонда с поверхностью, и он легко реализуем средствами аналоговой электроники. Наиболее подробно методы использования пьезорезонансных датчиков для разного рода измерений изложены в [94] и во многом подходы, использованные в данной работе, созвучны с традиционными. Современное состояние цифровой электроники и возможности сигнальных процессоров позволяет применять другие более гибкие и тонкие подходы к анализу параметров резонансной колебательной системы. Такая работа в рамках развития приборов семейства «НаноСкан» сегодня проводится в ФГБНУ ТИСНУМ, но на данный момент базовая конфигурация данного семейства сканирующих нанотвердомеров работает в соответствии с подходами, изложенными в данной главе.

3.1 Численный и экспериментальный анализ камертонно-балочных конструкций

Как было указано в разделе 2.2 наиболее распространенным типом зондов, применяющихся в приборах «НаноСкан» является пьезокерамический датчик камертонной конструкции. Первичной целью данной работы является аналитическое рассмотрение поведения прибора при контакте острия зонда с образцом, что возможно только при определенных допущениях, как касательно модели зонда, так и процессов происходящих в области контакта. Естественно, такое полное решение не представляется возможным для колебаний реального камертона, поэтому обычно используются либо численные подходы, либо электромеханические аналогии-приближения [88, 89]. Кроме того, как указано в работе [97] колебания камертона на третьей моде (на которой как раз происходят колебания зондов используемых в «НаноСкан») являются схожими с колебаниями балки с закрепленным концом. Соответственно (см. например [98]) первым приближением, которое может быть рассмотрено аналитически, является анализ колебаний балки с закрепленным концом. Именно

такое приближение соответствует типу зондов, сделанных из пьезокерамических биморфных пластин.

Таким образом, рассмотрение колебаний камертонных зондов проводится в данной работе численно, а рассмотрение колебаний зондов, представляющих единственный биморфный элемент, проведено аналитически и является рабочим приближением для зондов камертонной конструкции.

В программе численного моделирования ANSYS Mechanic был произведен расчет конструкции камертонного зонда. На рисунке 3.1 представлен зонд; синим цветом обозначены плоскости, перемещения которых были фиксированы. Параметры центральной ножки были выбраны следующими: $\rho = 8500 \text{ кг/м}^3$, $E = 120 \text{ ГПа}$, $\sigma = 0.35$, что соответствует параметрам латуни. Для пьезокерамических усиков данные механические характеристики имели следующие значения: $\rho = 7500 \text{ кг/м}^3$, $E = 70 \text{ ГПа}$, $\sigma = 0.38$. Для винта и закрепленной держалки значения модуля Юнга E и коэффициента Пуассона σ составили 200 ГПа и 0.3, плотность: $\rho = 7850 \text{ кг/м}^3$.

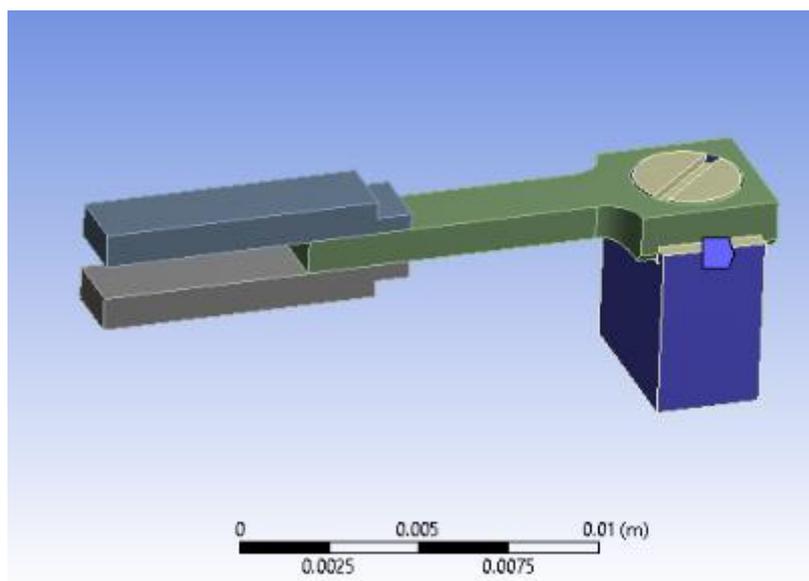
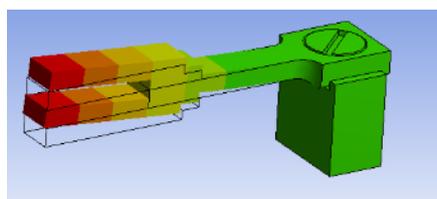
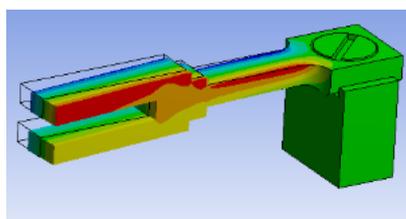


Рисунок 3.1 – Камертонный зонд и граничные условия.

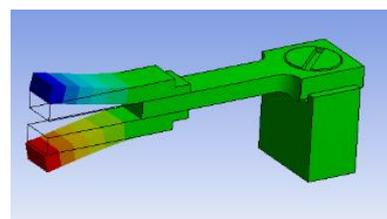
В результате расчета был получен набор колебательных мод, вид и частота которых приведены на рисунке 3.2. Цвет зонда соответствует относительному смещению от положения равновесия в вертикальном направлении (синий цвет – отрицательное смещение, зеленый цвет – “ноль”, красный цвет – положительное смещение).



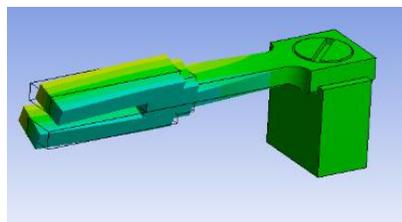
1945 Гц (1ая мода)



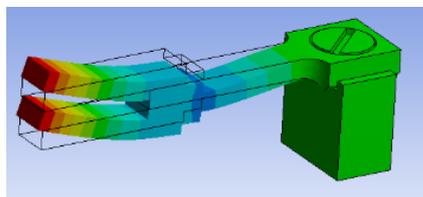
3800 Гц (2ая мода)



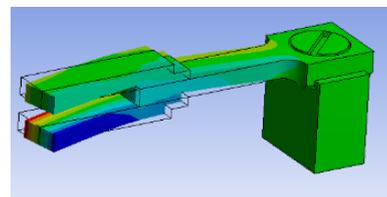
11325 Гц (3ая мода)



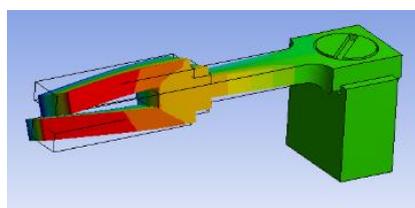
12751 Гц (4ая мода)



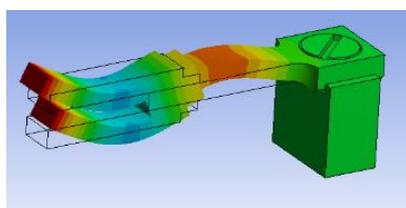
14388 Гц (5ая мода)



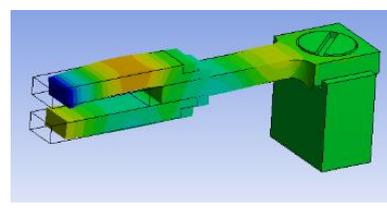
24049 Гц (6ая мода)



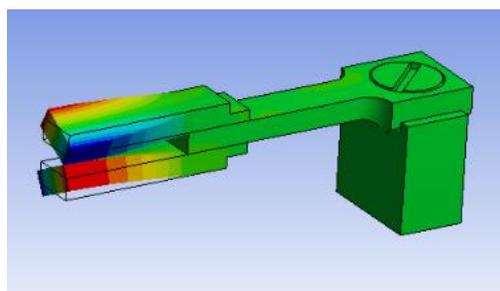
25260 Гц (7ая мода)



33804 Гц (8ая мода)



45765 Гц (9ая мода)



54672 Гц (10ая мода)

Рисунок 3.2 – Моды колебаний камертонного зонда и соответствующие им частоты.

На рисунке 3.3 представлена экспериментальная АЧХ камертонного зонда. Данный зонд представляет собой описанный в главе 2.2 камертонный зонд, состоящий из двух пьезокерамических биморфов (рисунок 2.9б), изображение единичного биморфного элемента представлено на рисунке 2.8а. Возбуждающее напряжение подавалось на внутренний электрод одного из усиков камертона; снятие сигнала производилось с внутреннего электрода другого усика. Как видно из рисунка, зонд состоит из двух пьезокерамических биморфных элементов закрепленных на металлической ножке. Таким образом, возбуждение и регистрация сигнала происходили преимущественно только для тех мод, в которых присутствуют колебания ножек камертона в вертикальном направлении (вертикальных, согласно ориентации камертона на рисунках 2.9, 3.2 3.1).

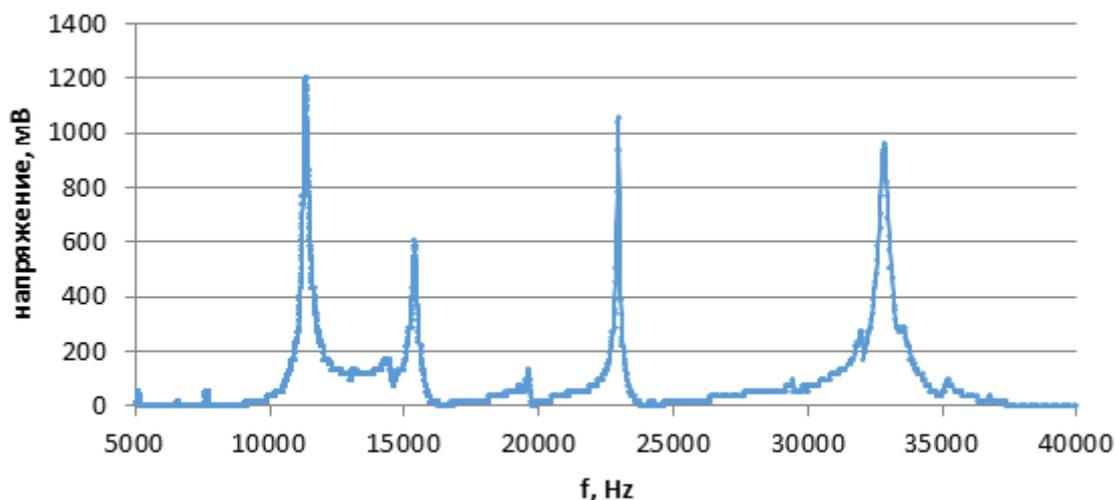


Рисунок 3.3 – Амплитудно-частотная характеристика зонда.

Четыре наиболее высоких резонансных пика, представленных на рисунке 3.5 соответствуют частотам 11320 Гц, 15420 Гц, 22980 Гц и 32740 Гц. Учитывая описанный выше способ возбуждения и регистрации сигнала, а также диапазон, в котором была снята резонансная характеристика (от 5кГц до 40кГц), можно провести следующее сопоставление данных частот с расчетными модами, представленными на рисунке 3.2. Первый резонансный пик (на котором происходят колебания в процессе работы прибора), имеющий частоту 11320 Гц, достаточно точно соответствует 3-ей моде колебаний (11325 Гц). Экспериментальный пик с частотой колебаний 15420 Гц можно сопоставить с 5-ой модой колебаний (14388 Гц). Экспериментальный пик с частотой 22980 Гц скорее всего соответствует 7-й расчетной моде с частотой 24049 Гц. Экспериментальный пик с частотой 32740 Гц соответствует 8-ой моде колебаний (33804 Гц). Строгое соответствие снятой АЧХ модам колебаний в данном случае не имеет особого значения, поскольку тракт автогенераторного возбуждения специально спроектирован так, чтобы исключить возникновения колебаний на нескольких модах сразу. На степень выраженности мод на АЧХ большую роль играет наличие в их составе изгибных колебаний усиков камертона, поскольку именно они возникают при подаче напряжения на биморфный элемент и регистрируются при снятии с него электрического сигнала.

Можно отметить, что некоторые моды колебаний (например, 2-ая, 6-ая, 9-ая) являются несимметричными, что может быть связано со способом крепления центрального стержня, который прижимается винтом к держалке преимущественно нижней стороной.

Для того чтобы продемонстрировать аналогичность колебаний зонда на 3-й моде с частотой 11325 Гц колебаниям балки с закрепленным концом, можно провести расчет, который

показывает, что если закрепить часть ножки по плоскости, обозначенной на рисунке 3.4 а цифрой «1», то первая мода колебаний оставшейся части (изображена на рисунке 3.4 б) будет иметь частоту 13730 Гц, если же провести закрепление по плоскости, обозначенной на рисунке 3.4 а цифрой «2», то частота первой резонансной моды отставшей части составит 7759 Гц.

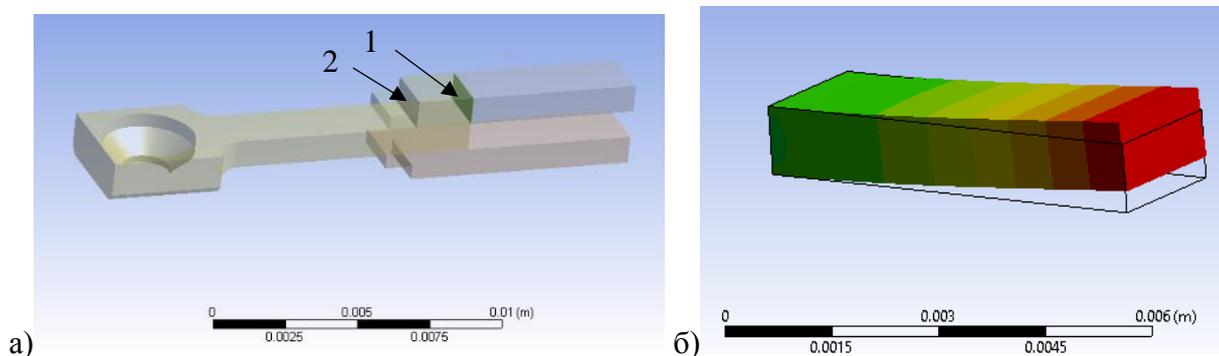


Рисунок 3.4 – Конструкция зонда (а) и вид деформации одного из усиков на рабочей моде колебаний (б).

Таким образом, при первом варианте закрепления резонансные частоты балки и камертона совпадают с точностью ~20%. Для полного совпадения резонансных частот необходимо увеличить длину «отрезаемой» части на 10%. Кроме того, можно отметить соответствие формы колебаний камертона на 3-й резонансной моде с формой колебаний балки с закрепленным концом.

Данные вычисления показывают аналогичность колебаний камертона на рабочей частоте и первой моды колебаний балки с закрепленным концом. В связи с этим, а также с указанными выше невозможностью полного аналитического рассмотрения далее будут рассматриваться колебания единичного пьезокерамического биморфа.

3.2 Аналитическое рассмотрение пьезокерамического биморфного зонда в составе автогенераторного тракта

Принципиальные элементы, входящие в состав автогенераторного тракта СЗМ «НаноСкан» приведены на рисунке 3.5.

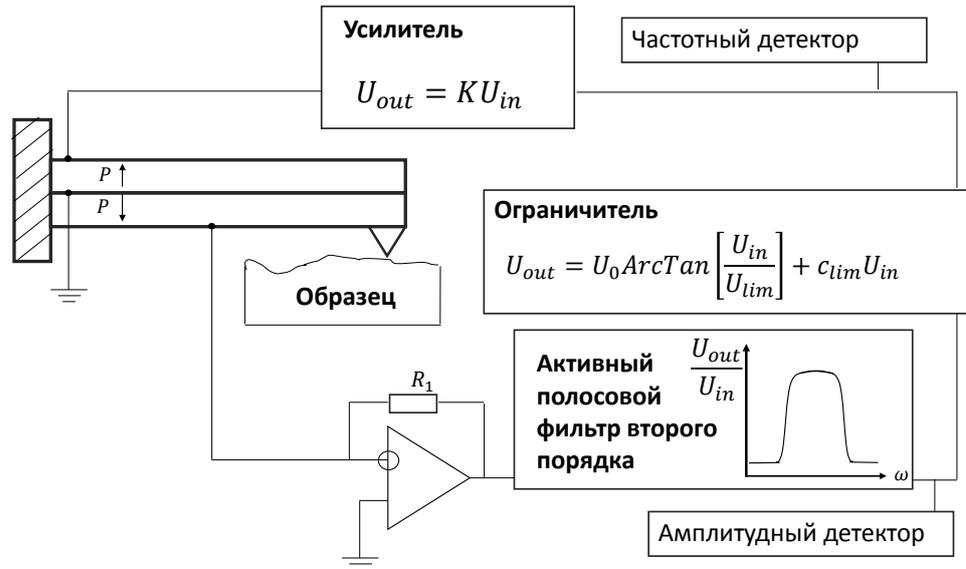


Рисунок 3.5 – Пьезокерамический биморфный элемент в составе модельного автогенераторного тракта.

Построение уравнения колебаний начнем с анализа динамического поведения пьезокерамического биморфного элемента. Основные уравнения, описывающие движение многослойного пьезокерамического стержня, можно найти в [99], приведем соответствующие выражения, внося необходимые модификации.

Уравнения движения биморфа под действием внешней силы можно записать в виде:

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

Символами μ , f и r_a обозначены погонные масса, сила и коэффициент пропорциональности между скоростью и возникающей из-за нее диссипативной силы на единицу длины. Символом C обозначена полная изгибная жесткость - коэффициент пропорциональности между изгибающим балку механическим моментом (относительно оси, проходящей через точку x) и $\frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2}$. Для пьезокерамического биморфа длиной l , имеющего ширину w_i , высоту h_i , она определена следующим соотношением:

$$C = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^2 \frac{w_i}{s_{11,i}^E} [3h_i (\bar{z} - \sum_{j=1}^i h_j) (\bar{z} - \sum_{j=1}^{i-1} h_j) + h_i^3], \quad (3.2)$$

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

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

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

Данные выражения получены в рамках гипотезы Бернулли о плоских сечениях, а также в предположениях:

- в случае наличия внешнего изгибающего момента имеет место: $\sum_{i=1}^n F_{1,i} = 0$;
- отсутствуют внешние силы, действующие перпендикулярно сечению балки вдоль оси ОХ;
- связь механических напряжений и растяжений подчиняется закону Гука.

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

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

Индекс h указывает на сокращение слова однородный (homogene) и никак не связан с глубиной погружения или вертикальной координатой зонда. Как следует из [99], решение для $X(x)$ имеет вид:

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

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

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

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

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

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

Для однородного уравнения ($f(x, t) = 0$) можно задать граничные условия на закрепленном конце:

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

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

И на свободном конце:

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

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

Из данных уравнений следует:

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

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

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

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

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

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

Данное уравнение определяет набор собственных волновых чисел k_m и частот

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

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

номер моды колебаний m	$k_m l$	ω_{hm}/ω_{h1}
1	1.875104	1
2	4.694091	6.27
3	7.854757	17.55
4	10.99554	34.39
5	14.13717	56.84
6	17.27876	84.91

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

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

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

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

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

Как следует из [99], функции $X_m(x)$ являются ортогональными, поэтому представляя решение неоднородного уравнения (3.1) в виде

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

можно получить:

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

где ζ_m определено равенством:

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

Уравнение (3.23) является основой последующего рассмотрения. Для его анализа необходимо определить силы, действующие на зонд.

Согласно схеме, приведенной на рисунке 3.5, колебания стержня происходят под действием напряжения, приложенного к верхнему слою.

Учитывая данный факт, и продолжая следовать уравнениям [99], заметим что приложенное напряжение эквивалентно изгибающему моменту, который в данном случае имеет вид:

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

Здесь $d_{31} \equiv d_{311}$ – компонента тензора пьезоэлектрических коэффициентов d_{ikl} ; $[d_{ikl}] = \frac{м}{В}$; w_i и h_i – ширина и толщина i -го слоя. В работе [99] напряжение предполагалось гармонически зависящим от времени; в нашем случае для общности можно оставить закон изменения напряжения в виде произвольной функции $U(t)$. Момент M_{Piezo} можно представить в виде силы, действующей на единицу длины стержня:

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

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

Тогда составляющая силы $f(x, t)$, обусловленная контактом с поверхностью может быть записана в виде:

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

Учитывая описанные выше силы и используя

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

подстановка данного выражение в уравнение (3.23) приводит к равенству:

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

Значение множителей $\frac{\frac{dX_m(l)}{dx}}{\mu\int_0^l X_m^2 dx}$ и $\frac{X_m(l_0)}{\mu\int_0^l X_m^2 dx}$ может быть вычислено с использованием уравнений (3.6)-(3.9), (3.21), соответствующие выражения обозначим следующим образом:

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

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

В таком случае уравнение (3.29) можно переписать в виде:

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

Согласно [99] заряд, возникающий на первом слое биморфа при его изгибе:

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

Согласно рисунку 3.5 весь возникающий на нижней обкладке заряд мгновенно превращается в ток I :

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

учитывая (3.33):

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

Также, согласно рисунку 3.5, данный ток преобразуется в напряжение U согласно формуле:

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

Таким образом, уравнение (3.32) приобретает следующий вид:

$$\begin{aligned} \ddot{\phi}_m + 2\zeta_m \omega_{h_m} \dot{\phi}_m + \omega_{h_m}^2 \phi_m = \\ -K m_{Piezo} \frac{\alpha_U(k_m l)}{\mu l^2} \left(U_0 \arctan \left(\frac{1}{U_{lim}} U_f(m_{Piezo} \partial_{t,x}^2 \xi(x,t)|_{x=l} R_1) \right) \right. \\ \left. + c_{lim} U_f(m_{Piezo} \partial_{t,x}^2 \xi(x,t)|_{x=l} R_1) \right) + \\ + F(\xi, \xi_t) \frac{\alpha_F(k_m l, k_m l_0)}{\mu l}. \end{aligned} \quad (3.37)$$

Учитывая соотношение (3.22):

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

Для различных значений m уравнения (3.38) представляют систему самосогласованных уравнений, которая должна быть разрешена относительно переменных $\phi_m(t)$ (функции $X_m(t)$ при этом определены соотношением (3.21)). Соответствующее им вертикальное перемещение в

месте крепления иглы выражается соотношением $\xi(l_0, t) = \sum_{m=1}^{\infty} X_m(l_0)\phi_m(t)$ (см. уравнение (3.22)).

Систему уравнений (3.38) можно упростить. Для этого заметим, согласно [99], что при возбуждении биморфа гармонической силой $F_{oscli} \cos(\Omega t)$ амплитуда колебаний $\xi(x, t)$ описывается выражением:

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

То есть форма АЧХ биморфа является Лоренцевской. В резонансе m -я мода колебаний имеет амплитуду $\phi_m(t)$ в Q раз больше чем все моды колебаний, значения частот которых больше ω_m и ω_m^2/ω_n^2 для всех мод колебаний с $n < m$. Учитывая типичное значение добротности зонда «НаноСкан» $Q \sim 60$, предполагается, что для всех сдвигов частот $\Delta\omega: \frac{\omega}{\Delta\omega} \sim Q$ достаточно учитывать только одну моду колебаний (для пьезокерамического биморфа – первая мода колебаний). Данное положение дел еще более усиливается тем фактом, что всех остальные моды колебаний подавляются активным фильтром.

Таким образом, в рамках дальнейшего построения модели будем учитывать только один коэффициент в разложении $\xi(x, t)$ по собственным функциям $X_m(x)$: $\phi_1(t)$. При таком упрощении:

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

Уравнения (3.38) в таком случае превращаются в одно уравнение вида:

$$\begin{aligned} \ddot{\phi}_1 + 2\zeta_1\omega_{h1}\dot{\phi}_1 + \omega_{h1}^2\phi_1 = \\ -Km_{Piezo} \frac{\alpha_U(k_1 l)}{\mu l^2} \left(U_0 \arctan\left(\frac{1}{U_{lim}} U_f \left(m_{Piezo} R_1 \dot{\phi}_1 \frac{dX_m}{dx} \Big|_{x=l} \right) \right) + \\ + c_{lim} U_f \left(m_{Piezo} R_1 \dot{\phi}_1 \frac{dX_m}{dx} \Big|_{x=l} \right) \right) + F(\xi, \xi_t) \frac{\alpha_F(k_1 l, k_1 l_0)}{\mu l}. \end{aligned} \quad (3.41)$$

Вертикальное смещение биморфа в точке крепления иглы ($x = l_0$) обозначим:

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

Заметим, что для первой моды колебаний:

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

Откуда, из определения (3.30) следует:

$$X_1'(x)|_{x=l} = \frac{\alpha_U(k_1 l)}{4l}. \quad (3.44)$$

Тогда уравнение (3.41) можно записать в виде:

$$\begin{aligned} \ddot{z} + 2\zeta_1 \omega_{h_1} \dot{z} + \omega_{h_1}^2 z = \\ -KX_1(l_0)m_{Piezo} \frac{\alpha_U(k_1 l)}{\mu l^2} \left(U_0 \arctan \left(\frac{1}{U_{lim}} U_f \left(m_{Piezo} R_1 \dot{z} \frac{\alpha_U(k_1 l)}{4lX_1(l_0)} \right) \right) \right) \\ + c_{lim} U_f \left(m_{Piezo} R_1 \dot{z} \frac{\alpha_U(k_1 l)}{4lX_1(l_0)} \right) + \\ + F(\xi, \xi'_t) X_1(l_0) \frac{\alpha_F(k_1 l, k_1 l_0)}{\mu l}. \end{aligned} \quad (3.45)$$

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

$$\begin{aligned} \mu l \ddot{z} + 2\zeta_1 \frac{(k_1 l)^2}{l} \sqrt{\mu C} \dot{z} + \frac{(k_1 l)^4}{l^3} C z = \\ - \frac{KX_1(l_0)m_{Piezo}\alpha_U(k_1 l)}{l} \left(U_0 \arctan \left(\frac{1}{U_{lim}} U_f \left(m_{Piezo} R_1 \dot{z} \frac{\alpha_U(k_1 l)}{4lX_1(l_0)} \right) \right) \right) \\ + c_{lim} U_f \left(m_{Piezo} R_1 \dot{z} \frac{\alpha_U(k_1 l)}{4lX_1(l_0)} \right) + \\ + F(z, \dot{z}) X_1(l_0) \alpha_F(k_1 l, k_1 l_0). \end{aligned} \quad (3.46)$$

Вводя обозначения

$$m \equiv \mu l/4, \quad (3.47)$$

$$\gamma_0 \equiv \zeta_1 \frac{(k_1 l)^2}{2l} \sqrt{\mu C}, \quad (3.48)$$

$$k_0 \equiv \frac{(k_1 l)^4}{4} \frac{c}{l^3}, \quad (3.49)$$

$$\alpha = \frac{X_1(l_0) m_{Piezo} \alpha_U(k_1 l)}{4l}, \quad (3.50)$$

$$\beta = m_{Piezo} \frac{\alpha_U(k_1 l)}{4l X_1(l_0)}. \quad (3.51)$$

Получаем уравнение вида

$$m\ddot{z} + \gamma_0 \dot{z} + k_0 z = -\alpha K \left(U_0 \arctan \left(\frac{1}{U_{lim}} U_f(\beta R_1 \dot{z}) \right) + c_{lim} U_f(\beta R_1 \dot{z}) \right) + F(z, \dot{z}) X_1(l_0) \frac{\alpha_F(k_1 l, k_1 l_0)}{4}. \quad (3.52)$$

Учитывая, что для первой моды колебаний согласно таблице 1, $k_1 l = 1.875104$, отсюда видно, что приведенная динамическая жесткость k составляет в 2.64 раза больше статической жесткости $\frac{c}{3l^3}$, т.е. отношения приложенной к концу стержня силы к вертикальному смещению данного конца. Эффективная масса m составляет $\frac{1}{4}$ массы балки μl , точное такое же значение эффективной массы приводится в [100].

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

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

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

Зависимость коэффициента $\frac{1}{4} \alpha_F(k_1 l, k_1 l_0) X_1(l_0)$ от отношения l_0/l представлена на рисунке 3.6.

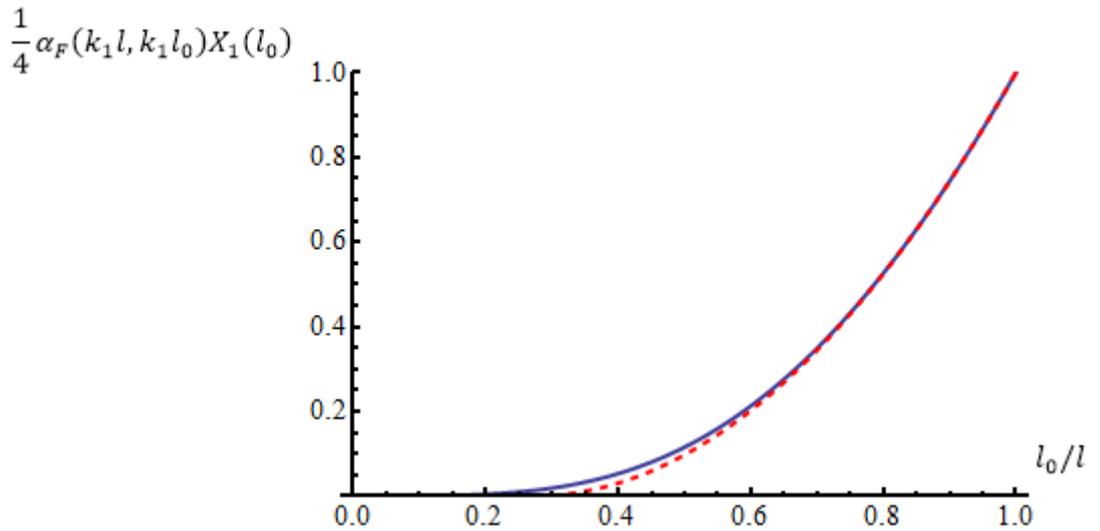


Рисунок 3.6 – Синяя сплошная линия: зависимость коэффициента $\frac{1}{4} \alpha_F(k_1 l, k_1 l_0) X_1(l_0)$ от отношения l_0/l . Красная пунктирная линия – аппроксимация $\alpha_F = 1 + 2.753(l_0/l - 1) + 1.895(l_0/l - 1)^2$.

Из данного рисунка виден достаточно очевидный факт: при закреплении иглы близко к месту крепления конца биморфа приложенная к кончику сила $F(z, \dot{z})$ практически не оказывает влияние на поведение пьезокерамического зонда. В случае, когда место закрепления иглы находится во второй половине биморфа (ближе к свободному концу), влияние возникающей при контакте силы квадратично возрастает с приближением иглы к кончику биморфа.

В обычном случае игла практически всегда крепится к концу зонда, поэтому можно считать $\frac{1}{4} \alpha_F(k_1 l, k_1 l_0) X_1(l_0) \approx 1$. Однако, конечно же, исходя из рисунка 3.6 видно, что рассматриваемый коэффициент всегда меньше 1, и, исходя из реального способа крепления иглы, более корректной оценкой было бы значение 0.8. Тем не менее, практическое применение предлагаемой модели предполагает снятие калибровочных кривых для получения значения необходимых параметров ($m, k_0, \gamma_0, \alpha, \beta, U_{lim}, K, U_0, R_1$ или только некоторых из них, или их комбинаций), а не прямой расчет, исходя из размеров зонда, свойств составляющих его материалов и параметров автогенераторного тракта. В связи с этим, будем считать $\frac{1}{4} \alpha_F(k_1 l, k_1 l_0) X_1(l_0) = 1$.

Кроме того, будем считать, что резонансная характеристика фильтра является достаточно плоской и примем $|U_f(x)| = |x|$. Применимость этого приближения можно грубо ограничить диапазоном частот $\Delta\omega_f: \frac{f}{\Delta f} \sim Q_{filter}$. Добротность фильтра является настраиваемой

величиной, типичное значение составляет 30. Учитывая типичную резонансную частоту $f \sim 11.5$ кГц, получаем $\Delta f \sim 400$ Гц. Кроме того, будем считать, что именно в фильтре происходит сдвиг фаз на π , поэтому примем: $U_f(x) = -x$.

Учитывая описанные выше упрощения, уравнение (3.52) приобретает вид:

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

Таким образом, слагаемое $c_{lim} \frac{\beta \dot{z}}{U_{lim}}$ фактически изменяет коэффициент демпфирования $\gamma_0 \rightarrow \gamma_0 - \alpha K c_{lim} \beta R_1$. Однако на данном этапе дальнейшего анализа предполагается оставить коэффициенты именно в таком виде, в каком они представлены в уравнении (3.55): при таком подходе α и β являются характеристиками зонда, а параметры U_0 , K , U_{lim} и R_1 характеризуют электрическую цепь.

3.3 Общее решение квазистационарного нелинейного уравнения колебаний

Для соответствующего анализа проведем рассмотрение уравнения вида

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

где $\omega_0 = \sqrt{\frac{k_0}{m}}$ - резонансная частота зонда, колеблющегося в отсутствии действия сил обусловленных наличием образца, колебания поддерживаются за счет обратной связи в цепи автогенераторного тракта, т.е. слагаемое $F_\Sigma(z, \dot{z})$ содержит не только внешние силы, но члены, возникающие из обратной связи.

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

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

Примем, что закон колебаний описывается уравнением вида:

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

В таком случае применим метод укороченных уравнений [101], который приводит к уравнениям вида:

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

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

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

Система (3.60) может быть использована для анализа переходных процессов, возникающих при быстром внедрении зонда в поверхность. Т.к. в описанном выше автогенераторном режиме возбуждения колебаний внешнее возбуждение отсутствует, будем считать $F_{drive} = 0$. В данном приближении уравнение (3.56) не содержит слагаемых, явно зависящих от t , поэтому отсчет времени можно вести от произвольного значения и без ограничения общности считать $\varphi = 0$. В таком случае решение (3.58) имеет вид:

$$z = z_0 - A \text{Cos}(\omega t). \quad (3.61)$$

А система (3.59) упрощается до следующего вида:

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

Если ввести обозначения

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

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

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

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

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

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

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

Стационарный случай.

В стационарном случае ($A'(t) = 0$) для полученной системы уравнений можно сделать вывод, аналогичный выводу, приведенному в работе [102], в которой, в отличие от рассматриваемого автогенераторного тракта, рассматривалась система с внешним возбуждением, а именно: консервативные силы преимущественно влияют на сдвиг резонансной частоты, в то время как диссипативные силы преимущественно влияют на изменение амплитуды колебаний.

Соответствующее рассмотрение проведем схожим с работой [102] способом. Введем четную $\overrightarrow{F_{even}}$ и нечетную $\overrightarrow{F_{odd}}$ составляющие силы относительно точки $\dot{z} = 0$. Для введенного уравнением (3.61) закона колебаний данные выражения имеют вид:

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

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

Обратное выражение для силы имеет вид:

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

Т.е. данные выражения представляют собой четную и нечетную составляющие силы относительно точки $\dot{z} = 0$. В соответствии с определениями (3.63), (3.64):

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

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

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

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

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

Таким образом, сила F_{odd} является чисто диссипативной, а сила F_{even} является чисто консервативной, кроме того, согласно (3.70), (3.71) компонента F_c обусловлена чисто консервативными силами, а компонента F_s обусловлена чисто диссипативными силами. Имея в виду, что в случае простейшей демпфирующей силы $F_{odd} = \gamma_{odd}\dot{z}$ выражение $\oint (\overrightarrow{F_{odd}} d\vec{s}) < 0$ для диссипируемой энергии W_{diss} введем определение $W_{diss} = -\oint (\overrightarrow{F_{odd}} d\vec{s})$. Заметим, что в таком случае имеет место равенство:

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

Для простейшего случая изменяющейся в процессе перемещения консервативной силы $F_{even} = k \cdot z$. В более сложном случае, в силу того, что решение уравнения (3.56) предполагается преимущественно гармоническим, производные силы $\frac{\partial F}{\partial z}$ и $\frac{\partial F}{\partial \dot{z}}$ должны слабо меняться за период колебаний зонда. Данное приближение приводит к выводу: $F \approx F|_{z=z_0, \dot{z}=0} + (z-z_0)\frac{\partial F}{\partial z}|_{z=z_0} + \dot{z}\frac{\partial F}{\partial \dot{z}}|_{\dot{z}=0}$, что в силу равенства (3.61) и определения (3.67) приводит к выводу:

$$F_c(F) \approx -A \frac{\partial F}{\partial z} \Big|_{z=z_0}. \quad (3.75)$$

Тогда согласно первому уравнению системы (3.66):

$$m\omega^2 - k_0 \approx -\frac{\partial F}{\partial z} \Big|_{z=z_0}. \quad (3.76)$$

Таким образом, в рамках данного приближения показано, что чисто консервативные силы (обуславливающие компоненту F_c) не приводят к изменению амплитуды. В то же время, чисто диссипативные силы приводят к тому, что компонента F_c равна нулю, а значит (см. первое уравнение (3.66)) $\omega = \sqrt{k_0/m}$. Следовательно, чисто диссипативные силы (обуславливающие компоненту F_s) приводят только к падению амплитуды согласно второму уравнению (3.66).

Нестационарный случай

Рассмотрение нестационарного случая проведем для случая $F = -(k(z) \cdot z + \gamma_{diss}(z)\dot{z})$, что описывает достаточно широкий диапазон контактных сил (знак «-» соответствует тому что положительное направление оси z направлено «от образца»). Будем также считать, что $k(z)$ и $\gamma_{diss}(z)$ слабо меняются за период и примем их постоянными: данное приближение не позволяет сделать выводов о долгосрочном динамике поведение зонда, однако позволяет получить оценку скорости его реагирования при фиксированных k и γ_{diss} . В таком случае система (3.66) принимает вид:

$$\begin{cases} m\omega^2 = k + k_0 \\ \omega \left(\frac{A'}{A}m + \gamma_0 + \gamma_{diss} \right) - \frac{2\alpha U_0 K}{A} \left(\sqrt{1 + \frac{U_{lim}^2}{A^2 \beta^2 R_1^2 \omega^2}} - \frac{U_{lim}}{A\beta R_1 \omega} \right) = 0 \end{cases} \quad (3.77)$$

В рамках используемого приближения первое уравнение данной системы показывает, что приведенная жесткость приводит к мгновенному изменению частоты.

Второе уравнение системы показывает, что при большом уровне усиления $\left(\frac{U_{lim}}{A\beta R_1 \omega} \ll 1 \right)$ скорость перестройки амплитуды определяется выражением:

$$A = A_0 e^{(t_0-t) \frac{\gamma_0 + \gamma_{diss}}{m}}. \quad (3.78)$$

То есть постоянная времени $\tau^* = \frac{m}{\gamma_0 + \gamma_{diss}}$ фактически определяется добротностью системы: если ввести обозначение $Q^* = \frac{\sqrt{m(k+k_0)}}{\gamma_0 + \gamma_{diss}}$ то, учитывая первое уравнение системы (3.77) можно записать: $\tau^* = \frac{Q^*}{\omega}$.

В противоположном случае малого уровня усиления в тракте $\left(\frac{U_{lim}}{A\beta R_1 \omega} \gg 1 \right)$ решение второго уравнения системы (3.77) описывается равенством

$$A = A_0 e^{(t_0-t) \frac{\gamma_0 + \gamma_{diss} - \frac{\alpha U_0 K \beta R_1}{U_{lim}}}{m}} \quad (3.79)$$

Т.е. при маленьких значениях амплитуд быстродействие системы уменьшается: эффективное значение добротности увеличивается до значения $Q^* = \frac{\sqrt{m(k+k_0)}}{\gamma_0 + \gamma_{diss} - \frac{\alpha U_0 K \beta R_1}{U_{lim}}}$, а время быстродействия

возрастает до значения $\tau^* = \frac{Q^*}{\omega} = \frac{\sqrt{m(k+k_0)}}{\omega \left(\gamma_0 + \gamma_{diss} - \frac{\alpha U_0 K \beta R_1}{U_{lim}} \right)}$.

Система (3.62) и как следствие система (3.66) не позволяет получить информацию о скорости изменения резонансной частоты системы, однако данную информацию можно получить непосредственно из уравнения (3.55), по крайней мере, для случая малого уровня усиления в тракте $\frac{U_{lim}}{A\beta R_1\omega} \gg 1$. В условиях отсутствия слагаемых, явно зависящих от времени, а также предполагая, что сила F_Z может быть разложена в ряд: $F \approx F|_{z=z_0, \dot{z}=0} + (z-z_0)\frac{\partial F}{\partial z}|_{z=z_0} + \dot{z}\frac{\partial F}{\partial \dot{z}}|_{\dot{z}=0}$ (в таком случае система линейная, а колебания гармонические)

$$m\ddot{z} + \left(\gamma_0 - \alpha K U_0 \frac{\beta R_1}{U_{lim}} - c_{lim}\beta R_1 - \frac{\partial F}{\partial \dot{z}}|_{\dot{z}=0}\right)\dot{z} + \left(k_0 - \frac{\partial F}{\partial z}|_{z=z_0}\right)z + z_0 \frac{\partial F}{\partial z}|_{z=z_0} = 0 \quad (3.80)$$

При любом изменении массы m или жёсткости k_0 колебания будут представляться в виде суперпозиции собственных решений уравнения (3.80), описывающих колебания с частотой $\sqrt{k/m_0}$. Таким образом, на основе уравнений, по крайней мере, для случая малого усиления в тракте, можно утверждать, что изменение частоты колебаний происходит мгновенно.

3.4 Свободные колебания зонда

Из первого уравнения системы (3.66) следует, что в отсутствие внешних сил ($F = 0$, а, следовательно, $F_{c_1}(F) = 0$, $F_{S_1}(F) = 0$) автоколебания происходят на собственной частоте зонда:

$$\omega = \omega_0 \equiv \sqrt{\frac{k}{m}} \quad (3.81)$$

Второе уравнение задает зависимость амплитуды колебаний от параметров α и β , включающих в себя согласно уравнениям (3.50) и (3.51) параметры цепи и пьезокерамического биморфа. Данное уравнение имеет вид:

$$A = 2 \frac{\alpha U_0 K}{\omega_0(\gamma_0 - \alpha\beta R_1 K c_{lim})} \sqrt{1 + \frac{U_{lim}}{U_0} \frac{\alpha\beta R_1 K c_{lim} - \gamma_0}{\alpha\beta R_1 K}} \quad (3.82)$$

Данную зависимость можно сравнить с экспериментальной. Прибор позволяет снимать зависимость амплитуды колебаний от некоторого коэффициента усиления K_{exper} , который не является нормированным, однако по смыслу представляет собой коэффициент усиления K . В данном случае целью сравнения является определение только качественных особенностей

поведения, поэтому для сопоставления кривых было сделано линейное преобразование $K_{exper}[y. e.] \rightarrow K: K = (K_{exper} + 15.5)/220$. Соответствующая зависимость изображена на рисунке 3.7а синей линией и на рисунке 3.7б синими точками.

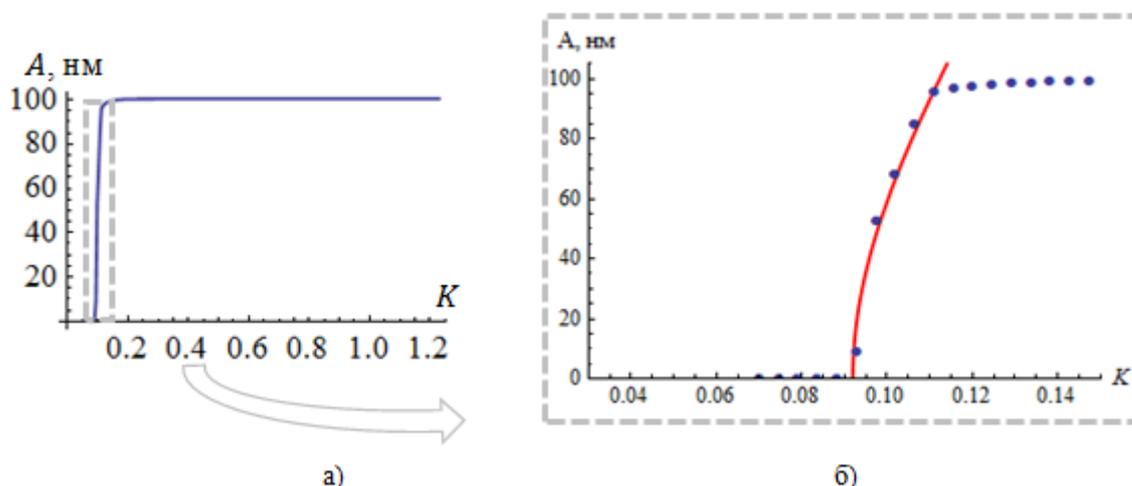


Рисунок 3.7 – Зависимость уровня амплитуды колебаний зонда от коэффициента усиления.

Из экспериментальной зависимости видно, что уровень установившихся колебаний быстро становится почти независимым от усиления K . Данный факт связан с тем, что при большом входном напряжении операционный усилитель (рисунок 3.5) входит в область ограничения. Учитывая то, что амплитудный детектор расположен после данного усилителя, изменения амплитуды, показываемые прибором при больших усилениях, являются некорректными. Другими словами, регистрируемые значения связаны с реальной амплитудой колебаний нелинейным образом.

При малых коэффициентах усиления экспериментальная зависимость может быть описана формулой (3.82). Как видно из рисунка 3.5б достаточно хорошее совпадение достигается при $\gamma_0 = 8.08 \cdot 10^{-2} \text{ Н} \cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$, $U_0 = 7.1 \text{ В}$, $U_{lim} = 0.2 \text{ В}$, $c_{lim} = 0.5$, $\omega = 11.5 \text{ кГц} \cdot 2\pi$, $R_1 = 35 \text{ кОм}$, $\alpha = 0.84 \cdot 10^{-4} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $\beta = 0.83 \cdot 10^{-4} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$.

Использованные значения параметров можно сравнить с оценками соответствующих величин, согласно их определениям. Будем считать, что расчет производится для пьезокерамического биморфа, представляющего собой свободную часть одной из ножек камертона, так как это было рассмотрено в главе 3.1, соответствующая свободная часть представляет собой балку, представленную на рисунке 3.4б (является частью камертона, отрезанной по сечению «1» на рисунке 3.4а). Длина данной балки $l = 6 \text{ мм}$, толщина

пьезоэлектрических слоев $h_1 = h_2 = 0.5$ мм, ширина $w_1 = w_2 = 2$ мм. Марка пьезоматериала: ЦТС – 19 для обоих слоев. При заданной геометрии и одинаковых свойствах обоих слоев, согласно формуле (3.3) параметр $\bar{z} = 0.5$ мм. Т.е. нейтральная линия, как этого и следовало ожидать, находится на границе двух слоев (как отмечено в разделе 3.2, параметр \bar{z} отсчитывается вверх от нижнего ребра многослойной конструкции). Для материала ЦТС – 19 можно принять [96, 97]: $s_{11}^E = 15 \cdot 10^{-12}$ м²/Н, $d_{31} = -175 \cdot 10^{-12}$ Кл/Н, $\left(\frac{\text{Кл}}{\text{Н}} = \frac{\text{м}}{\text{В}}\right)$. В таком случае из уравнения (3.25) получаем: $m_{piezo} = 5.47 \frac{\text{мм} \cdot \text{мН}}{\text{В}}$. Отсюда, считая, как это было описано выше $l_0 = l$, и используя равенство (3.53), а также определения (3.50), (3.51), получаем: $\alpha \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $\beta \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$. Резонансная частота и добротность реального зонда, следуя АЧХ реального зонда (рисунок 3.3), составляют: $\omega \sim 11.3$ кГц $\cdot 2\pi$, $Q \sim 50$. Масса m , согласно формуле (3.47), а также в соответствии с принятыми в разделе 3.1 для расчета плотностью $\rho = 7500 \frac{\text{кг}}{\text{м}^3}$ и величинами h_1 , h_2 , w_1 , w_2 и l , составляет $m = 2.25 \cdot 10^{-5}$ г. Жесткость k_0 согласно определению (3.49) и формуле (3.2) составляет $k_0 \sim 1.5 \cdot 10^5$ Н/м. Параметр $\gamma_0 = \frac{\sqrt{k_0 m}}{Q} \sim 0.37 \text{ Н} \cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$.

Таким образом, параметры пьезокерамического биморфа, использованные для проведения сопоставления экспериментальной зависимости и теоретических расчетов, по порядку величины совпадают с оценками параметров, полученных непосредственно из их определений, что говорит о неплохом соответствии между моделью, описывающей изменение амплитуды, и поведением прибора.

3.5 Влияние привнесенных потерь на амплитуду колебаний зонда

В разделе 3.3 было показано, что чисто диссипативные силы не приводят к сдвигу резонансной частоты: для таких сил $F_c(F) = 0$, а $F_s(F)$ связано с введенной величиной диссипируемой энергии W_{diss} соотношением (3.74). В таком случае система (3.66) может быть записана в виде:

$$\begin{cases} A(m\omega^2 - k_0) = 0 \\ A(\gamma_0 - \alpha K c_{lim} \beta R_1) \omega - 2\alpha U_0 K \left(\sqrt{1 + \frac{U_{lim}^2}{A^2 \beta^2 R_1^2 \omega^2}} - \frac{U_{lim}}{A \beta R_1 \omega} \right) = -\frac{W_{diss}}{\pi A}. \end{cases} \quad (3.83)$$

Очевидно, что первое уравнение определяет резонансную частоту системы ω , которую в рамках данного рассмотрения мы оставим в виде неопределённой величины ω , без отношения к массе m и жесткости k_0 . Данный подход расширяет общность результата на случай, если резонансная частота изменена вследствие влияния недиссипативной силы, пропорциональной амплитуде, и отлична от $\sqrt{k_0/m}$. В таком случае решение второго уравнения системы (3.83) имеет вид:

$$A = \frac{\alpha \cdot U_0 \cdot K}{\gamma_1 \omega} \sqrt{-\frac{W_{diss} \gamma_1 \omega}{\pi \alpha^2 K^2 U_0^2} + 2 \left(1 - \frac{U_{lim} \gamma_1}{\alpha \beta K R_1 U_0}\right) + 2 \sqrt{\left(-\frac{W_{diss} \gamma_1 \omega}{\pi \alpha^2 K^2 U_0^2} + \left(1 - \frac{U_{lim} \gamma_1}{\alpha \beta K R_1 U_0}\right)^2\right)}, \quad (3.84)$$

где

$$\gamma_1 = \gamma_0 - \alpha K c_{lim} \beta R_1. \quad (3.85)$$

Таким образом, изменение амплитуды при наличии в системе потерь W_{diss} фактически определяется параметрами: $\frac{\alpha \cdot U_0 \cdot K}{\gamma_1 \omega}$, $\frac{\gamma_1 \omega}{\pi \alpha^2 K^2 U_0^2}$ и $\frac{U_{lim} \gamma_1}{\alpha \beta K R_1 U_0}$. Используем полученные в разделе 3.4 оценки параметров ($\alpha \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{H}}{\text{B}}$, $\beta \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{H}}{\text{B}}$, $c_{lim} \sim 0.5$, $R_1 \sim 35 \text{ кОм}$, $\omega \sim 11.3 \text{ кГц} \cdot 2\pi$, $\gamma_0 \sim 0.37 \text{ Н} \cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$, $U_{lim} \sim 0.2 \text{ В}$, $U_0 \sim 7.1 \text{ В}$), а также выберем $K \sim 0.1$, что по порядку величины соответствует коэффициенту усиления, при котором колебания уже возникли, но еще не слишком высоки (операционный усилитель не вышел в область насыщения, рис. 3.7). Тогда указанные выше параметры имеют следующие значения: $\frac{\alpha \cdot U_0 \cdot K}{\gamma_1 \omega} \sim 34 \text{ нм}$, $\frac{\gamma_1 \omega}{\pi \alpha^2 K^2 U_0^2} \sim 3.3 \cdot 10^9 \text{ Дж}^{-1}$, $\frac{U_{lim} \gamma_1}{\alpha \beta K R_1 U_0} \sim 1.9$. На основании данных оценок можно с использованием формулы (3.84) построить зависимость амплитуды от величины привнесенных потерь W_{diss} для различных коэффициентов, соответствующие зависимости представлены на рисунке 3.8. Пунктирной линией обозначена предельная зависимость

$$A_{lim} = \sqrt{\frac{W}{\pi \gamma_1 \omega} + 2 \frac{U_{lim}}{\beta R_1 \gamma_1 \omega} \sqrt{\frac{W_{diss}}{\pi \gamma_1 \omega}}}, \quad (3.86)$$

которая обозначает минимальную амплитуду, возможную при данном уровне потерь W_{diss} .

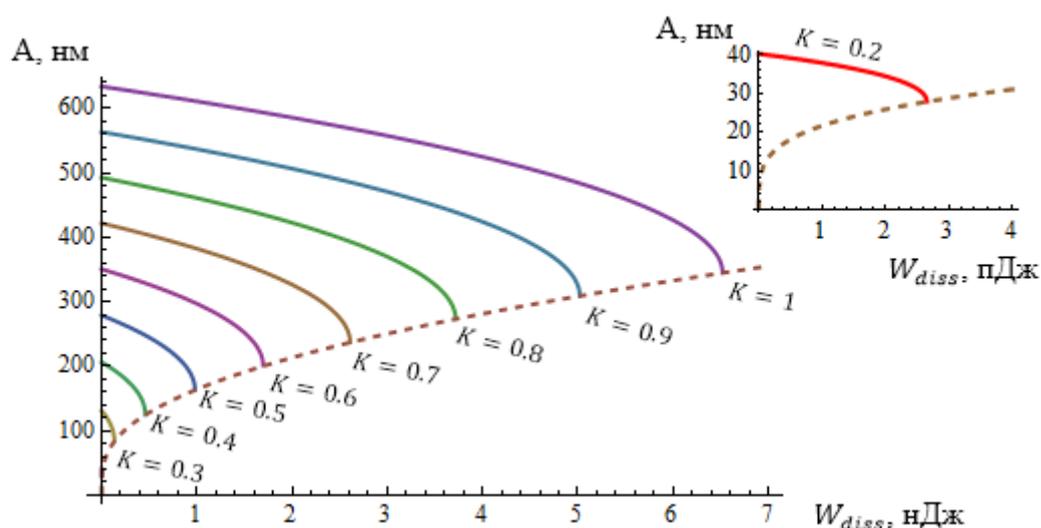


Рисунок 3.8 – Зависимость уровня амплитуды колебаний от величины приведенных потерь W_{diss} .

Приведенный график зависимости амплитуды от диссипируемой за один цикл энергии может быть использован для оценки значимости потерь при различных уровнях усиления. С другой стороны, в уравнение (3.66) входит именно компонента F_s , поэтому представляется целесообразным также привести зависимость амплитуды именно от этого параметра. Соответствующие зависимости $A(F_s)$ для различных значений параметра K приведены на рисунке 3.9.

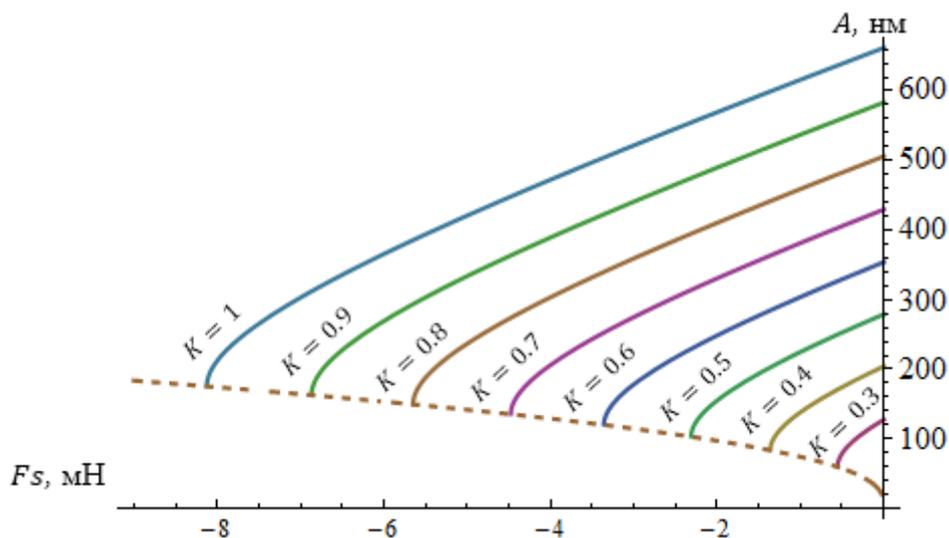


Рисунок 3.9 – Зависимость амплитуды колебаний от усреднённой силы F_{S1} для различных значений коэффициента K .

Данная зависимость также может быть использована для оценки влияния той или иной диссипативной силы на параметры колебаний зонда.

Таким образом в данном разделе рассмотрены три взаимосвязанные задачи, касающиеся поведения пьезорезонансного зонда:

- проанализировано поведение пьезокерамического камертонного зонда и установлена взаимосвязь геометрических, механических и пьезоэлектрических свойств камертона с резонансной частотой и электрическими свойствами пьезорезонансного зонда. В результате были получены аналитические выражения для сигналов возбуждения и отклика пьезорезонансного зонда, используемого в приборах семейства «НаноСкан»;

- рассмотрено поведение тракта возбуждения автоколебаний и получены укороченные уравнения, позволяющие определять установившиеся значения амплитуды и частоты зонда. Показано, что частота автоколебаний мгновенно реагирует на изменение резонансных свойств зонда, вызванных контактом острия с поверхностью. Показано, что скорость изменения амплитуды автоколебаний зависит от уровня возбуждения тракта автогенерации и добротности зонда. Практически всегда амплитуда реагирует на изменение уровня контакта острия с поверхностью медленнее, чем частота, поэтому базовым режимом сканирования поверхности в приборах «НаноСкан» является режим сканирования с поддержанием заданного сдвига по частоте пьезорезонансного зонда.

- получены аналитические выражения, связывающие сдвиг частоты и изменение амплитуды автоколебаний пьезорезонансного зонда с параметрами тракта возбуждения, принесенными потерями и изменением контактной жесткости.

Глава 4 Модели, объясняющие изменение частоты колебаний зонда в процессе подвода зонда к поверхности

Одним из достоинств автогенераторной схемы возбуждения колебаний резонансного зонда является возможность разделения факторов влияющих на амплитуду и частоту колебаний зонда. Таким образом АСМ получает возможность контроля привнесенной жесткости и вязких потерь в ходе сканирования и снятия кривых подвода. Простота контроля амплитуды и частоты колебаний зонда делает привлекательной задачу увязки этих измеряемых параметров с вязкоупругими свойствами исследуемого материала. Однако, в силу ряда обстоятельств, взаимосвязь измеряемых изменений частоты и амплитуды в ходе сканирования и снятия кривых подвода с физическими свойствами материала оказывается достаточно сложной и многопараметрической. Именно это обстоятельство потребовало детального анализа формы индентора и разработки физических моделей позволяющих установить функциональные зависимости, связывающие измеряемые величины с физическими свойствами исследуемого материала. Результаты такого анализа и экспериментальной проверки моделей представлены в данной главе.

4.1 Анализ экспериментальных данных о форме острия индентора

Для анализа влияния консервативных и диссипативных сил, возникающих в области контакта, на сдвиг резонансной частоты и падение амплитуды необходимо было произвести измерения формы алмазных инденторов, используемых в приборах «НаноСкан».

Чаще всего инденторы, используемые для инструментального индентирования, выполняются в форме приближенной к идеальной пирамиде Берковича. Однако, естественно, реальная форма, полученная при огранке, имеет искажения: углы между сторонами и высотой пирамиды могут иметь отклонения от требуемой величины, неидеальным также является кончик пирамиды. Он, естественно, не идеально острый и имеет конечную величину радиуса кривизны. Именно эта концевая особенность и определяет часто характер взаимодействия зонда с поверхностью.

Естественно, кривизна кончиков зонда отличается для новых и бывших в употреблении зондов. Для выяснения типичных значений кривизны кончика можно использовать традиционные АСМ. Ниже приведены два изображения игл, бывших в употреблении различное

время и имеющих различные радиусы кривизны. Изображения получены с помощью СЗМ «Нтегра-Прима».

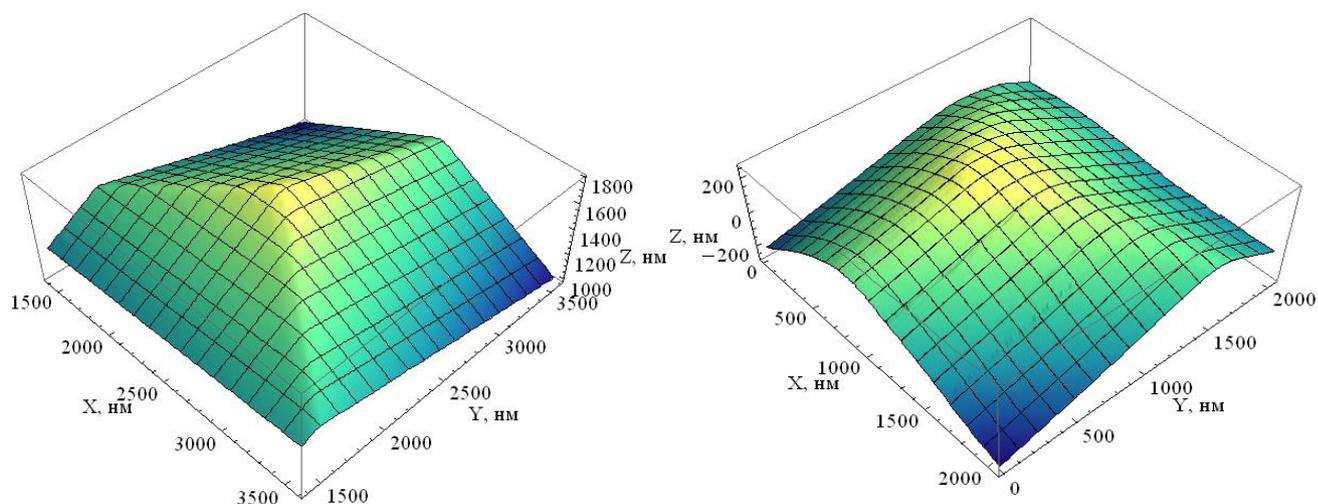


Рисунок 4.1 – Изображения инденторов с различной остротой острия.

Охарактеризовать кривизну данных игл можно произведя расчет Гауссовой кривизны измеренной поверхности в каждой точке, однако такой подход имеет недостатки. Измеренная поверхность имеет шумы, которые приводят к тому, что вычисленные в рамках конечных разностей производные будут завышены, соответственно завышенной окажется и кривизна поверхности. В то же время, одна из простейших форм фильтрации, например, такие, как свертка измеренной формы с двумерным Гауссовым ядром, искажают форму. Даже в случае достаточно точного определения кривизны поверхности в каждой точке подобное описание не является удобным для данного случая: оно позволяет получить локальную кривизну, в то время как рассматриваемой задачей является оценка параметров сферы или параболоида, аппроксимирующих индентор на заданном удалении от кончика.

Для характеристики формы кончика индентора в отсканированное изображение вписывались сферы при различном смещении их центра от кончика индентора (смещение центра сфер происходило вдоль направления, приблизительно совпадающего с высотой пирамиды). В качестве параметра использовался h_{shift} – расстояние от наибольшей Z-координаты сферы до кончика отсканированного изображения. Примеры изображений вписанной сферы в острый зонд приведены на рисунке 4.2, тупой – на рисунке 4.3.

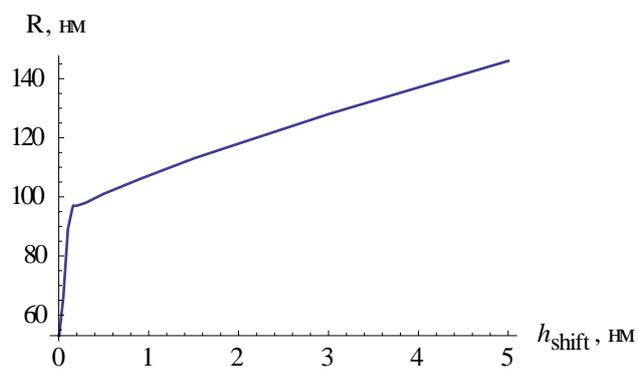


Рисунок 4.2 – Зависимость радиуса вписанной сферы от расстояния до кончика пирамиды для острого зонда.

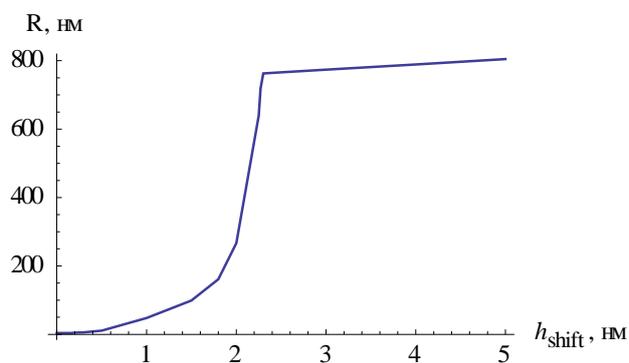


Рисунок 4.3 – Зависимость радиуса вписанной сферы от расстояния до кончика пирамиды для тупого зонда.

На рисунке 4.4 представлены примеры изображений частей сфер, вписанных в острый зонд, на рисунке 4.5 представлены примеры сфер, вписанных в тупой зонд.

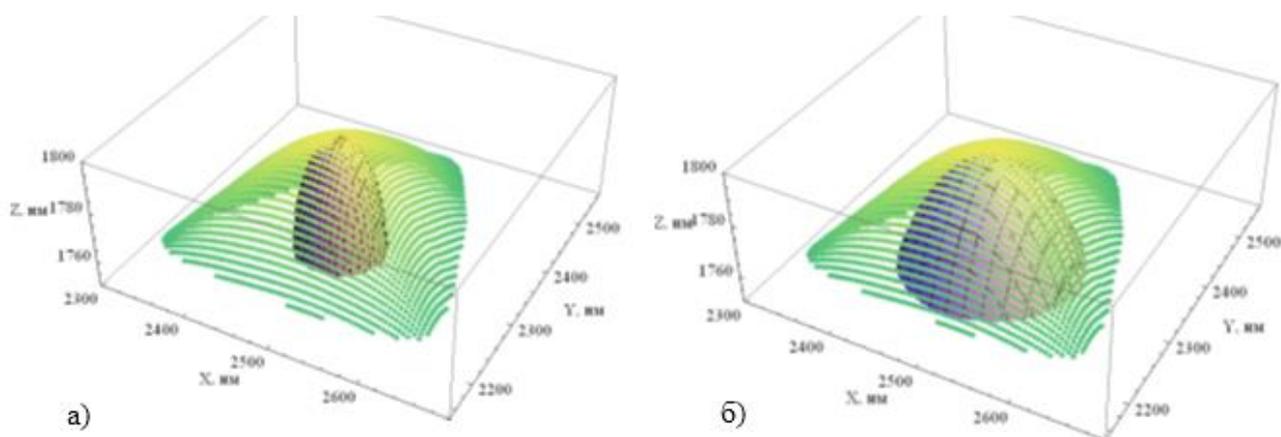


Рисунок 4.4 – Вписанные сферы в острый зонд ($R=53$ нм и $R=146$ нм).

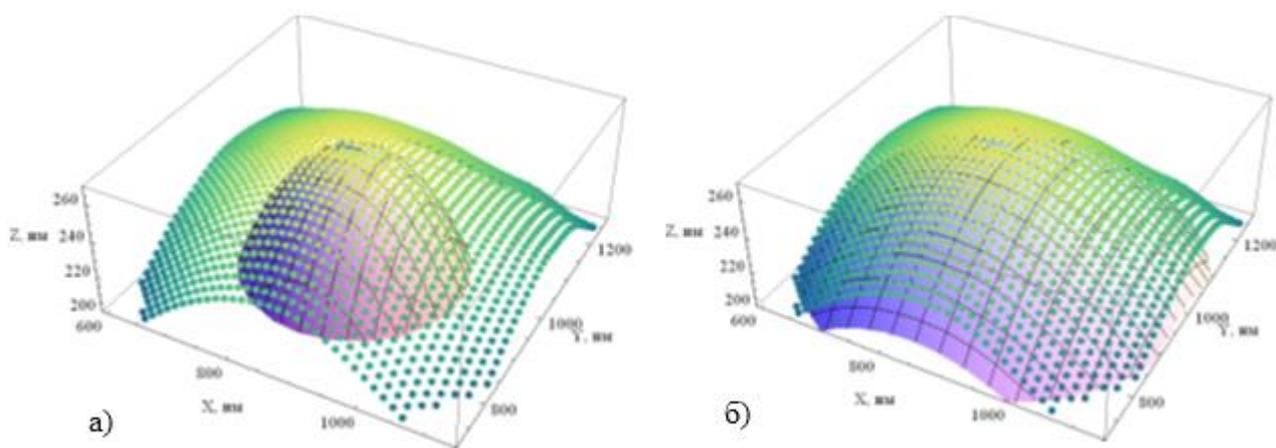


Рисунок 4.5 – Вписанные сферы в тупой зонд ($R=267$ нм и $R=800$ нм, для большей наглядности была изображена каждая 7 точка).

Из представленных данных можно сделать вывод, что для всех достаточно новых, незатупленных зондов, при углублениях зонда на глубины большие чем несколько ангстрем, характерная величина радиуса кривизны зонда составляет $R \approx 100$ нм, однако, сферическое приближение для новых игл неэффективно: как, например, видно из рисунка 4.4 вписанная сфера радиусом 146 нм не достаёт до кончика порядка 1.5 нм ($h_{shift} \sim 1.5$ нм согласно рис. 4.2) и в то же время при удалении на ~ 20 нм от кончика форма иглы уже не описывается сферой. Таким образом, область глубин взаимодействия для такой модели должна быть много больше 1.5 нм и не превышать 20 нм, что является достаточно жестким требованием. В то же время, как это следует из рисунков 4.5 и 4.3 для тупых игл, бывших в употреблении, подобная аппроксимация является весьма эффективной, если глубина взаимодействия индентора с поверхностью образца значительно превышает несколько нанометров.

4.2 Взаимодействие по модели Герца. Расчеты и экспериментальная проверка.

Рассмотрим силу Герца, представленную уравнением (1.1). Глубину проникновения индентора в поверхность обозначим h , ее связь с вертикальной координатой положения кончика иглы $z(t)$ (см. (3.61)) может быть представлена в виде:

$$h(t) = \begin{cases} -z(t), & z \leq 0 \\ 0, & z > 0 \end{cases} . \quad (4.1)$$

Тогда выражение (1.1) может быть записано в виде:

$$F_{Hertz} = \begin{cases} \frac{4}{3} E^* \sqrt{R} (-z)^{3/2}, & z < 0 \\ 0, & z > 0 \end{cases} . \quad (4.2)$$

Введенные координаты могут быть дополнительно проиллюстрированы рисунком 4.6.

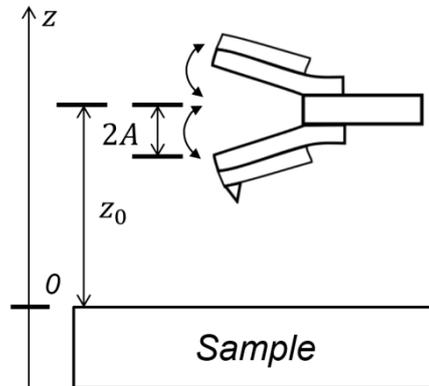


Рисунок 4.6 – Данный рисунок поясняет используемые далее обозначения и выбор системы координат

Введем также обозначение

$$\xi \equiv \frac{z_0}{A}. \quad (4.3)$$

Интегрирование согласно (3.63) приводит к равенству:

$$F_c(F_{Hertz}) = \begin{cases} \frac{8\sqrt{2}}{15\pi} E^* A \sqrt{AR} \left(2(3 + \xi^2) E_{elliptic} \left(\frac{1-\xi}{2} \right) - (1 + \xi)(3 + \xi) K_{elliptic} \left(\frac{1-\xi}{2} \right) \right) & |\xi| < 1 \\ \frac{16\sqrt{-1-\xi}}{15\pi} E^* A \sqrt{AR} \left((3 + \xi^2) E_{elliptic} \left(\frac{2}{1+\xi} \right) + (1 - \xi)\xi K_{elliptic} \left(\frac{2}{1+\xi} \right) \right) & -\xi > 1 \end{cases} .$$

(4.4)

Тогда выражение, задающее сдвиг частоты (см. первое уравнение (3.66)), имеет вид:

$$\frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1 = \begin{cases} \frac{8\sqrt{2}}{15\pi} \frac{E^* \sqrt{AR}}{k_0} \left(2(3 + \xi^2) E_{elliptic} \left(\frac{1-\xi}{2} \right) - (1 + \xi)(3 + \xi) K_{elliptic} \left(\frac{1-\xi}{2} \right) \right) & |\xi| < 1 \\ \frac{16\sqrt{-1-\xi}}{15\pi} \frac{E^* \sqrt{RA}}{k_0} \left((3 + \xi^2) E_{elliptic} \left(\frac{2}{1+\xi} \right) + (1 - \xi)\xi K_{elliptic} \left(\frac{2}{1+\xi} \right) \right) & -\xi > 1 \end{cases} , \quad (4.5)$$

где $K_{elliptic}(x)$ и $E_{elliptic}(x)$ – полные эллиптические интегралы первого и второго рода соответственно. Данное выражение было получено независимо от [74], но по сути является

частным случаем уравнения (1.127) (см. [74]), так как $\frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1 \approx 2 \frac{\Delta f}{f_0}$ при $\Delta f \ll f_0$. В случае рассмотренной в (1.127) произвольной силы $F(z) = C(-z)^m$, выражение содержало гипергеометрические и гамма-функции, в данном же случае выражение (4.5) не содержит зависимости в виде эллиптических интегралов и может быть применено для конкретного вида зависимости силы от углубления (для силы Герца).

В предельных случаях, верных для начального участка кривой подвода ($\xi = z_0/A \approx 1$) и случаев больших углублений ($-\xi \gg 1$), имеют место равенства:

$$\frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1 = \begin{cases} \frac{(1-z_0/A)^2}{\sqrt{2}} \frac{E^* \sqrt{AR}}{k_0} \left(1 - \frac{1-z_0/A}{8}\right) z_0/A \approx 1 \\ \frac{2E^* \sqrt{R} \sqrt{-z_0}}{k_0} \left(1 - \frac{z_0}{32A^2}\right) - z_0/A \gg 1 \end{cases}. \quad (4.6)$$

Стоит также заметить, что если учитывать только слагаемое второго порядка малости (пропорциональное $(1 - \alpha)^2$), без слагаемого более высокого порядка малости, то первое равенство (4.6) совпадает с результатами работы [73] (см. (1.126)). Также, если учитывать только нулевой порядок малости без последующего слагаемого, то второе равенство (4.6) совпадет с результатом [105] (который фактически определяется уравнением (3.76)).

При $\Delta\omega \ll \omega_0$ выражение для сдвига частоты можно представить в виде:

$$\Delta\omega = \omega_0 \frac{E^* \sqrt{RA}}{k} f(\xi). \quad (4.7)$$

Записанное в таком виде выражение для сдвига частоты уже может быть использовано для построения зависимости $\Delta\omega$ от безразмерного параметра $\xi = z_0/A$. Соответствующая зависимость представлена на рисунке 4.7.

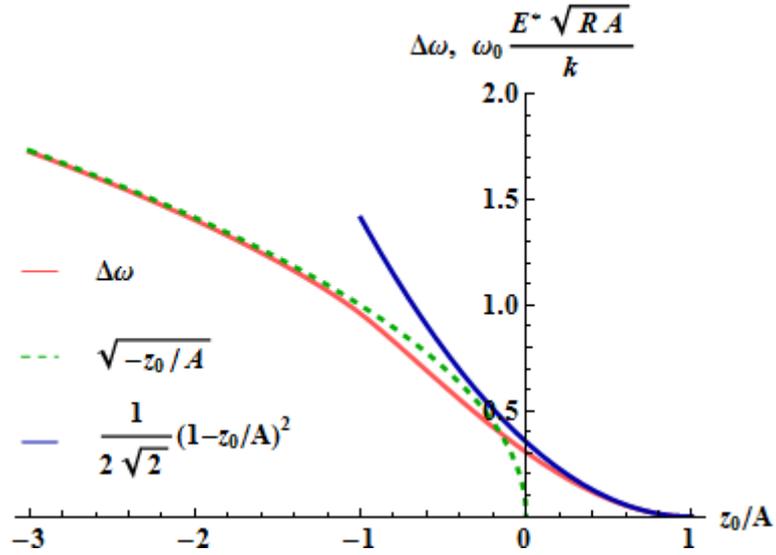


Рисунок 4.7 – Сдвиг резонансной частоты по мере углубления зонда в материал и аппроксимирующие его зависимости.

Также можно провести вычисление средней за период колебаний силы F_a ; именно такая величина регистрируется в приборах «НаноСкан» 3Д. Данную величину можно определить как:

$$F_a = \frac{\omega}{2\pi} \int_0^{2\pi} F(h(t)) dt. \quad (4.8)$$

Для силы $F_{Hertz}(h)$, определенной уравнением (4.2), а также смещения $h(t)$, определенного уравнениями (4.1) и (3.61), вычисления приводят к зависимости

$$F_a = \frac{4E^*}{9\pi} A^{3/2} \sqrt{R}.$$

$$\begin{cases} 0, \xi > 1 \\ \sqrt{2} \left(-8\xi E_{elliptic} \left[\frac{1-\xi}{2} \right] + (1+\xi)(1+3\xi) K_{elliptic} \left[\frac{1-\xi}{2} \right] \right), -1 \leq \xi \leq 1 \\ -2\sqrt{-1-\xi} \left(4\xi E_{elliptic} \left[\frac{2A}{A+z_0} \right] + (1-\xi) K_{elliptic} \left[\frac{2}{1+\xi} \right] \right), \xi < -1 \end{cases} \quad (4.9)$$

Также для предельных случаев, верных для начального участка кривой подвода ($\xi = z_0/A \approx 1$) и случаев больших углублений ($-\xi \gg 1$) имеют место равенства:

$$F_a = \begin{cases} \frac{E^* \sqrt{R} A^{3/2} (1 - \frac{z_0}{A})^2}{2\sqrt{2}} \left(1 + \frac{1 - \frac{z_0}{A}}{24} \right), z_0/A \lesssim 1 \\ \frac{4}{3} E^* \sqrt{R} (-z_0)^{3/2} \left(1 + \frac{3}{16} \frac{A^2}{z_0^2} \right), \frac{z_0}{A} \ll -1 \end{cases}. \quad (4.10)$$

Зависимости (4.2), (4.5) и (4.9) позволяют произвести экспериментальную проверку предложенных моделей. На рисунке 4.8 представлены экспериментальная (сплошная линия) и теоретическая (штрихованная линия) зависимости; экспериментальная кривая была получена в отсутствие колебаний зонда и, таким образом, должна соответствовать теоретической зависимости (4.2). Параметры аппроксимирующей теоретической кривой были выбраны следующими: $R = 800$ нм, параметры кварца: $E=73$ ГПа, $\sigma = 0.17$, параметры индентора были выбраны равными: $E_{ind} = 1143$ ГПа, $\sigma_{ind} = 0.07$. В данном случае радиус R был известен из данных об измерении зонда атомно-силовым микроскопом, однако также может быть получен путем вписывания модельной кривой в экспериментальные данные. Положение $z = 0$ было выбрано с целью обеспечения совпадения экспериментальной и теоретических кривых на начальном участке и, как видно из представленного ниже рисунка, примерно соответствует точке начала роста зависимости силы от глубины.

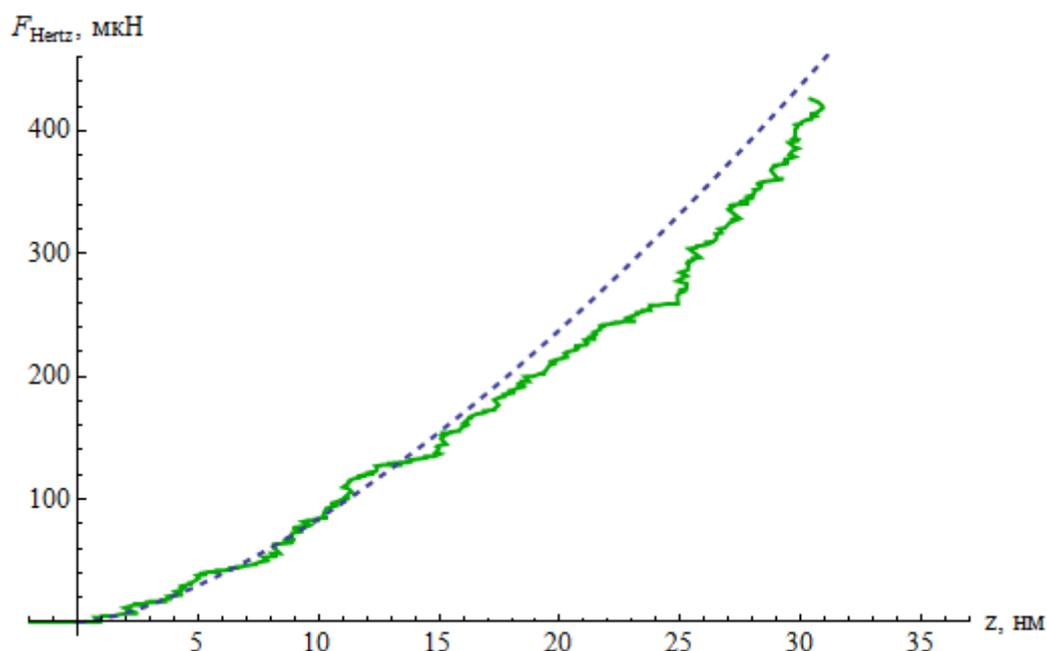


Рисунок 4.8 – Экспериментальная (сплошная линия) и теоретическая (пунктир) зависимости силы от вертикальной координаты, полученные при внедрении в образец плавленого кварца.

Как видно из полученного рисунка, кривые хорошо совпадают в начальной области углублений. В данном эксперименте была использована одна из игл, представленных в пункте 4.1, а именно: тупая игла, изображенная на рисунках 4.4б, 4.5б. Как показано на рисунке 4.3, если отступить несколько нанометров от ее кончика, то ее форму приближенно можно считать соответствующей параболической (параболоид вращения, аппроксимирующий сферу радиусом

800 нм), причем при больших углублениях относительное изменение параметров аппроксимирующей поверхности незначительно.

Также был проведен эксперимент по внедрению осциллирующего зонда в поверхность плавленого кварца. Соответствующая экспериментальная кривая, а также аппроксимирующая ее зависимость, выраженная формулой (4.9), представлены на рисунках 4.9а, 4.9б. Был выставлен большой уровень усиления в тракте, чтобы колебания в контакте продолжались как можно дольше. Резонансная частота зонда $f_0 = \frac{\omega_0}{2\pi}$ получена из АЧХ зонда в составе автогенераторного тракта, которая была получена с помощью управляющего ПО, и составила 14.14 кГц. Как следует из формулы (4.9) для зависимости $F_a(h)$ величина $\omega_0 = 2\pi f_0$ не имеет значения; указанная величина f_0 была использована при построении теоретической зависимости, выраженной уравнением (4.5). Ноль вертикальной координаты экспериментальной кривой (точка $z_0 = 0$) был выбран таким образом, чтобы обеспечить совпадение модельной и измеренной зависимостей на начальном участке нагружения.

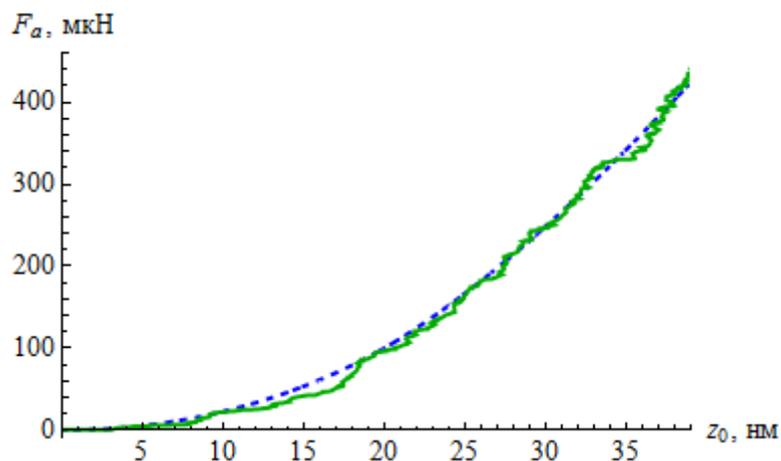


Рисунок 4.9 – Экспериментальная (сплошная линия) и теоретическая (пунктир) зависимости средней силы от вертикальной координаты, полученные при внедрении осциллирующего зонда в образец плавленого кварца.

Данные кривые также демонстрируют соответствие экспериментальных результатов и теоретической модели. В дополнение к зависимости средней силы от углубления можно привести экспериментальную и теоретическую зависимости сдвига резонансной частоты (рисунок 4.10); также было использовано значение $k_0 = 1.1 \cdot 10^5$ Н/м: данное значение обеспечивает совпадение экспериментальной и теоретической кривой.

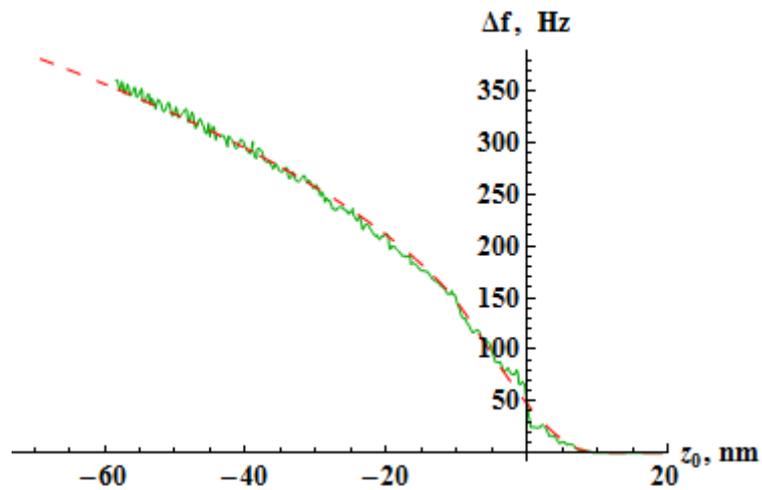


Рисунок 4.10 – Экспериментальная (сплошная линия) и теоретическая (пунктир) зависимости сдвига резонансной частоты от вертикальной координаты, полученные при внедрении осциллирующего зонда в образец плавленого кварца.

Также были сняты аналогичные кривые зависимости сдвига резонансной частоты от положения зонда на следующих материалах: ПММА ($E=3.25$ ГПа, $\sigma = 0.3$, в скобках указываются значения, использованные для теоретических кривых), дюралюминии В95 ($E=120$ ГПа, $\sigma = 0.3$), поликристаллический сапфир ($E=352.3$ ГПа, $\sigma = 0.27$). Совокупность кривых представлена на рисунках 4.11, 4.12.

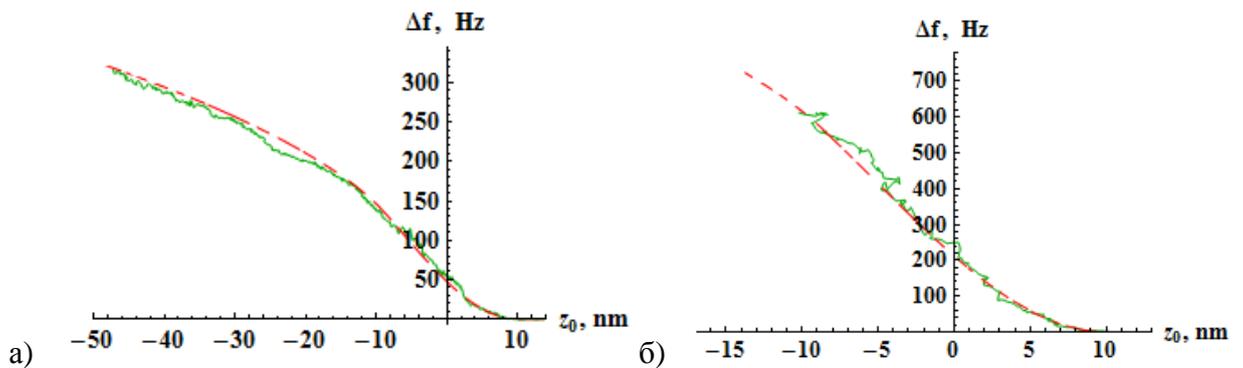


Рисунок 4.11 – Сравнение экспериментальных данных (сплошная линия) с результатами расчета (пунктир) для различных материалов. а) плавленый кварц, б) поликристаллический сапфир.

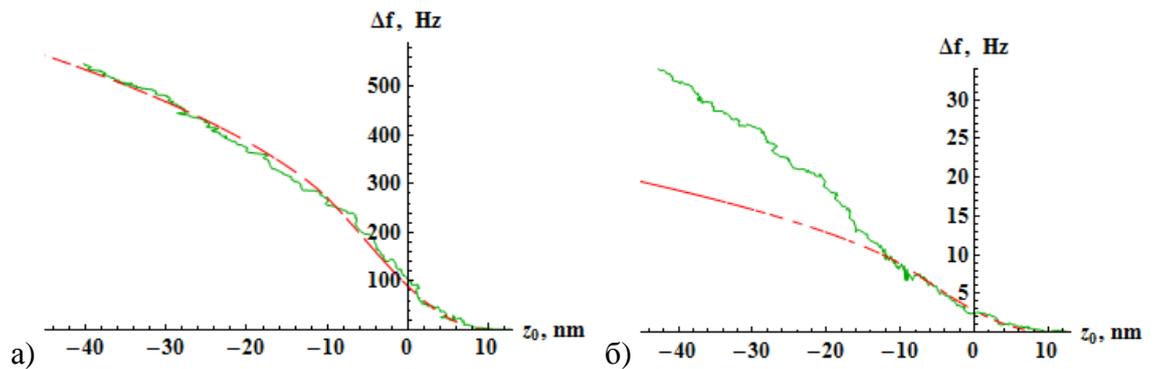


Рисунок 4.12 – Сравнение экспериментальных данных (сплошная линия) с результатами расчета (пунктир) для различных материалов. а) дюралюминий б) ПММА.

Описанные выше зависимости достаточно хорошо согласуются с результатами эксперимента; значительное отклонение заметно только на ПММА. Причин для этого может быть несколько: весьма вероятно, что в силу того, что ПММА из всех перечисленных выше материалов обладает наименьшим значением твердости; по мере возрастания степени пластической деформации теоретические зависимости, полученные выше для случая чисто упругой деформации, перестают быть верными, что и дает столь сильное отклонение. Также можно было бы предположить, что модуль Юнга ПММА на частотах резонанса зонда существенно отличается от описанного выше, однако в таком случае возникает вопрос о причине совпадения начальных участков. Можно также было бы предположить, что существенно неверно откалибрована амплитуда колебаний зонда, но в таком случае это было бы весьма заметно и на остальных кривых: точка перегиба, на которой замечен переход от асимптотически корневой к асимптотически квадратичной зависимости не совпадал бы на экспериментальной и теоретической кривой. Таким образом, наиболее вероятно, что причиной такого отклонения служит существенная пластическая деформация.

4.3 Контакт индентора в форме усеченного конуса с поверхностью. Расчеты и экспериментальная проверка.

Представленная в данном разделе модель была опубликована в работе [106]. Рассмотрение кончика индентора в виде параболоида вращения может быть не всегда уместно: при таком представлении функция формы площади индентора $A(h_c)$ (см. раздел 1.4) неизбежно будет иметь неправильное асимптотическое поведение: для пирамидальной иглы $A(h_c) \sim h_c^2$, в то время как для тела в виде параболоида вращения $A(h_c) \sim h_c$. Таким образом, при

приближении иглы параболоидом вращения, форма данного парабоида неизбежно зависит от размера кончика, который следует аппроксимировать, причем чем больше данная область, тем хуже качество данной аппроксимации. В то же время форма тела определяет контактную площадь взаимодействия, а значит играет ключевую роль.

Для задач, связанных с наноиндентированием, применяется подход, позволяющий учесть неидеальность индентора, не теряя при этом правильного асимптотического поведения при больших глубинах [31,107]: представление иглы индентора в виде усеченной пирамиды. В случае пирамиды Берковича с «отрезанным» кончиком зависимость функции формы площади имеет вид: $A(h_c) = 24.5(h + \Delta h)^2$. Можно заметить, что, например согласно работе [108], высота Δh составляла несколько нанометров.

Такая функция формы площади эквивалентна функции формы усеченного конуса. Естественно, данные фигуры являются разными, однако, как было отмечено в разделе 1.4 параметр β_{ind} , учитывающий несимметричность индентора при его упругой разгрузке из поверхности несущественно отличается от 1. Данный факт указывает на то, что при взаимодействии ключевую роль играет именно площадь контакта, а не ее форма, поэтому продолжим рассмотрение, представляя форму иглы индентора именно в виде конуса с усеченной вершиной. Параметры данного конуса представлены на рисунке 4.13.

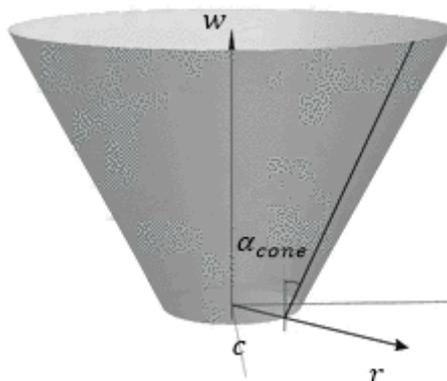


Рисунок 4.13 – Игла индентора в виде пирамиды с усеченной вершиной [109]

Данный конус задан зависимостью:

$$w(r) = \begin{cases} 0, & r < c \\ br - cb, & r \geq c \end{cases} \quad (4.11)$$

где $b = \text{ctg } a_{\text{cone}}$. Зависимость силы F от углубления данного тела в плоскую поверхность можно получить, используя формулы (1.12), (1.13): $F = 2E^*a \int_0^1 \frac{x^2 f'(x)}{\sqrt{1-x^2}} dx$, $h = \int_0^1 \frac{f'(x) dx}{\sqrt{1-x^2}}$. Как было указано ранее в разделе 1.1, функция $f(x)$ определена выражением:

$$w(r) = f\left(\frac{r}{a}\right). \quad (4.12)$$

Интегрирование согласно данным формулам приводит к результату:

$$F = E^*b \left(c\sqrt{a^2 - c^2} + a^2 \arccos\left(\frac{c}{a}\right) \right), \quad (4.13)$$

$$h = ab \arccos\left(\frac{c}{a}\right). \quad (4.14)$$

Совместное аналитическое решение уравнений (4.13), (4.14) относительно переменной a , выраженной при помощи элементарных или специальных функций, представляется невозможным, однако можно получить решение при предположении малости параметра c/a , что согласно уравнению (4.14) соответствует большим h : от доли значения c и выше. В таком случае уравнения (4.13), (4.14) имеют вид:

$$F(a) = E^* \left(\frac{\pi b a^2}{2} - \frac{2bc^3}{3a} - \frac{bc^5}{5a^3} \right) + O\left(\frac{c}{a}\right)^4, \quad (4.15)$$

$$h(a) = \frac{\pi b a}{2} - bc - \frac{bc^3}{6a^2} + O\left(\frac{c}{a}\right)^4. \quad (4.16)$$

В пренебрежении слагаемого порядка $O\left(\frac{c}{a}\right)^4$ уравнения (4.15), (4.16) приводят к зависимости вида:

$$F(h) = E^* \frac{b^3 c^3 \pi^2 - 6(bc+h)^3}{3b\pi(bc+h)}. \quad (4.17)$$

Можно заметить, что уравнение (4.17) обеспечивает достаточное совпадение с полной параметрической зависимостью силы от глубины, выраженной уравнениями (4.13), (4.14). Конус, имеющий эквивалентную пирамиде Берковича зависимость площади сечения от глубины имеет угол 70° , а типичные значения c можно оценить в 5 нм (именно такие значения использовались для дальнейшей экспериментальной проверки). При таких величинах параметров, как это следует из рисунка 4.14, приближенное выражение (4.17) начинает совпадать с параметрической зависимостью (4.13), (4.14) уже с долей нанометра.

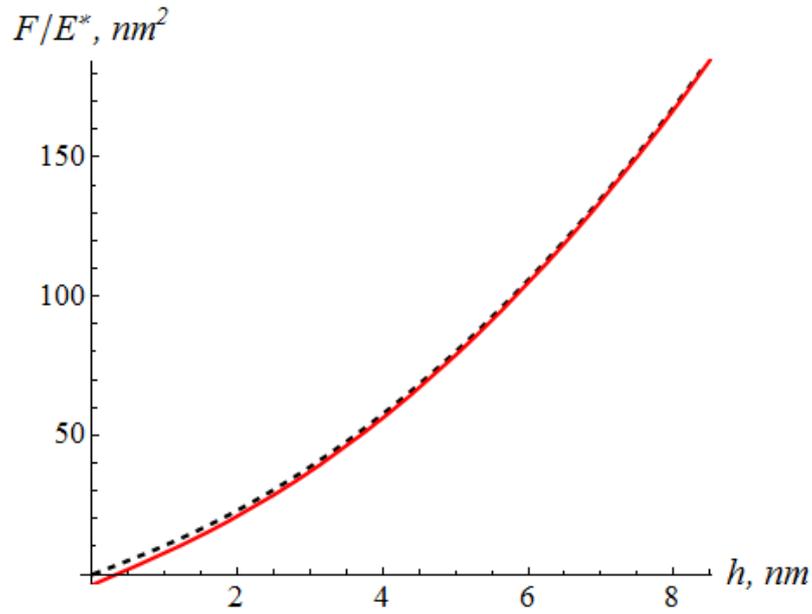


Рисунок 4.14 – Зависимость силы от глубины, заданная параметрически (пунктирная линия) и полученная после разложения в ряд (формула (4.17), изображена сплошной линией) [109].

Зная зависимость $F(h)$ для тела заданной формы, можно определить компоненту F_c согласно формуле (3.61), а затем сдвиг резонансной частоты согласно первому уравнению системы (3.66). Вычисления приводят к результату:

$$\frac{\omega^2}{\omega_0^2} - 1 = \frac{E^*}{Ak_0} \frac{2Tan[\alpha_{cone}]}{3A\pi^2}.$$

$$\left\{ \begin{array}{l} 0, , z_0 < A \\ (c^3\pi^2b^3 + 6A^2z_2)ArcCos\left[\frac{z_0}{A}\right] - \\ -2(2A^2 + z_0^2 + 3z_2(z_2 - z_0))\sqrt{A^2 - z_0^2} + \\ + \frac{2c^3\pi^2b^3z_2}{\sqrt{A^2 - z_2^2}} ArcTanh\left[\sqrt{\frac{A-z_0}{A+z_0}} \sqrt{\frac{A+z_2}{A-z_2}}\right], -A < z_0 < A \\ \frac{\pi}{\sqrt{z_2^2 - A^2}} (c^3\pi^2b^3z_2 + (c^3\pi^2b^3 + 6A^2z_2)\sqrt{z_2^2 - A^2}), z_0 < -A, \end{array} \right. \quad (4.18)$$

где

$$z_2 = z_0 - c \cdot b. \quad (4.19)$$

Представляется целесообразным проведения качественного сравнения сдвига резонансной частоты $\Delta\omega$ для рассматриваемого случая формы иглы в виде затупленного конуса со случаем, когда форма зонда описывается параболоидом вращения (см. раздел 4.2). Для такого сравнения

также представим зависимость (4.18) для случая $\Delta\omega \ll \omega_0$ (аналогично формуле (4.7) данное приближение позволяет выделить размерные параметры):

$$\Delta\omega = \omega_0 \frac{E^* b c^2}{kA} f\left(\frac{z_0}{A}, \frac{A}{bc}\right). \quad (4.20)$$

На рисунке 4.15 изображена красной линией изображена зависимость (4.18) (отношение $\frac{A}{bc}$ было принято равным $100 \text{ нм}/(\text{ctg}(70^\circ)*5\text{нм})$), зеленым пунктиром – аппроксимация для случая больших углублений:

$$\Delta\omega = \omega_0 \frac{E^* b c^2}{kA} * \frac{2A}{\pi bc} \left(1 - \frac{z_0}{bc}\right), \quad (4.21)$$

которая может быть получена исходя из формулы (3.76) и параметрической зависимости (4.15), (4.16) при $a \gg c$, а также определений (3.81), (4.1).

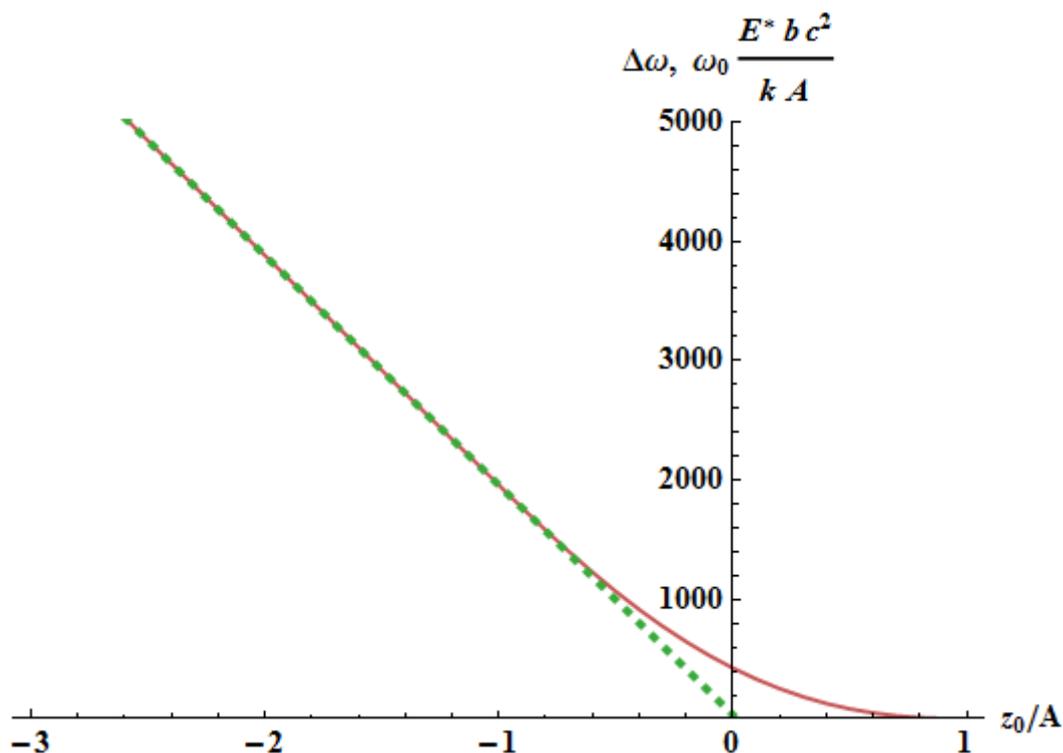


Рисунок 4.15 – Сдвиг резонансной частоты по мере углубления зонда в материал и аппроксимирующие его зависимости (сплошная линия – расчетное значение, пунктир-линейная аппроксимация).

Линейная зависимость при больших углублениях может быть получена из уравнений (4.15) и (4.16) при больших значениях параметра a (учтено также равенство $z = -h$, см. (4.1)):

$$F \approx \frac{2E^*(bc-z)^2}{b\pi}, \quad (4.22)$$

откуда, с применением (3.76) и определения (3.81) следует равенство (4.24). Начальный участок кривой сдвига резонансной частоты (случай $z_0/A \lesssim 1$) в отличие от случая формы индентора в виде параболоида вращения не описывается степенной зависимостью в значимом диапазоне. Аналогичное разложение выражений (4.15) и (4.16) при $c \approx a$ приводит к зависимости силы F от смещения вида (1.6) при $c = a$. Соответственно, в таком случае оказывается $\Delta\omega \sim \sqrt{A - z_0}$.

Можно отметить, что зависимость график зависимости (4.18) в представленном на рисунке 4.15 масштабе визуально совпадает с численным решением, полученным без разложения в ряд по c/a : непосредственно из выражений (4.13), (4.14).

Также можно вычислить среднюю силу F_a , регистрируемой при колебаниях зонда (формула (4.8)). Для силы $F(h)$, определенной уравнением (4.17), а также смещения $h(t)$, определенного уравнениями (4.1) и (3.61), вычисления приводят к зависимости:

$$F_a = \frac{E^* \tan[\alpha_{cone}]}{\pi^2},$$

$$\left\{ \begin{array}{l} 0, z_0 < A \\ (4z_2 - z_0)\sqrt{A^2 - z_0^2} - (A^2 + 2z_2^2) \text{ArcCos} \left[\frac{z_0}{A} \right] \\ - \frac{c^3 \pi^2 b^3}{3\sqrt{A^2 - z_2^2}} \ln \left[\frac{A(z_0 - z_2)}{A^2 - z_0 z_2 + \sqrt{A^2 - z_0^2} \sqrt{A^2 - z_2^2}} \right], -A < z_0 < A \\ \pi \left(- \frac{c^3 \pi^2 b^3}{3\sqrt{z_2^2 - A^2}} - (A^2 + 2z_2^2) \right), z_0 < -A \end{array} \right. \quad (4.23)$$

Можно провести сравнение зависимостей (4.18), (4.23) с экспериментальными данными. Параметры b и c должны соответствовать пирамиде Берковича. Значение параметра b определяется углом раствора конуса. Конус, имеющий одинаковую с пирамидой Берковича зависимость площади сечения от высоты, отмеренной от кончика, имеет угол раствора 70.32° . Таким образом, значение параметра b должно быть близко к $\text{ctg}(70.32^\circ)$. Значение параметра c должно быть порядка $\Delta h \text{tg}(70.32^\circ)$ то есть порядка нескольких нанометров, если использовать значение Δh , приведенное в работе [108].

Для более корректного учета изменения амплитуды значения, регистрируемые прибором, умножались на зависимость $V(K)$, полученную с помощью осциллографа (V -напряжение,

поступающее на пьезокерамический биморфа, K – коэффициент усиления, см. рис 3.5). Кроме того, была учтена жесткость центральной ножки камертона, обуславливающая отгиб зонда при его касании поверхности, в рамках данного эксперимента данная величина составила 408 Н/м. Были также использованы следующие значения параметров $\alpha_{cone} = 70^\circ$, $k_0 = 3.52 \cdot 10^5$ Н/м, $c = 5$ нм. В данном случае параметр α_{cone} близок к величине 70.32° , обеспечивающей правильное асимптотическое поведение зависимости площади сечения от расстояния до кончика пирамиды. Параметр c обеспечивает совпадение экспериментальной и теоретической кривой $F_a(h)$ при малых глубинах. При заданном значении c параметр k_0 обеспечивает совпадение экспериментальной и теоретической зависимостей $\Delta f(h)$ при малых глубинах. В качестве резонансной частоты данного зонда было использовано значение $\omega_0 = 2\pi \cdot 15.3$ кГц, которое получается путем снятия АЧХ зонда в составе автогенераторного тракта средствами управляющего ПО. В качестве параметров материала иглы были использованы следующие значения: $E_{ind} = 1143$ ГПа, $\nu_{ind} = 0.07$.

На рисунках 4.16 а и 4.16 б представлены зависимости сдвига резонансной частоты и силы при внедрении в образец плавленого кварца. Используются значения $E = 70$ ГПа, $\nu = 0.17$. Видно хорошее совпадение теоретических и экспериментальных кривых на начальных участках.

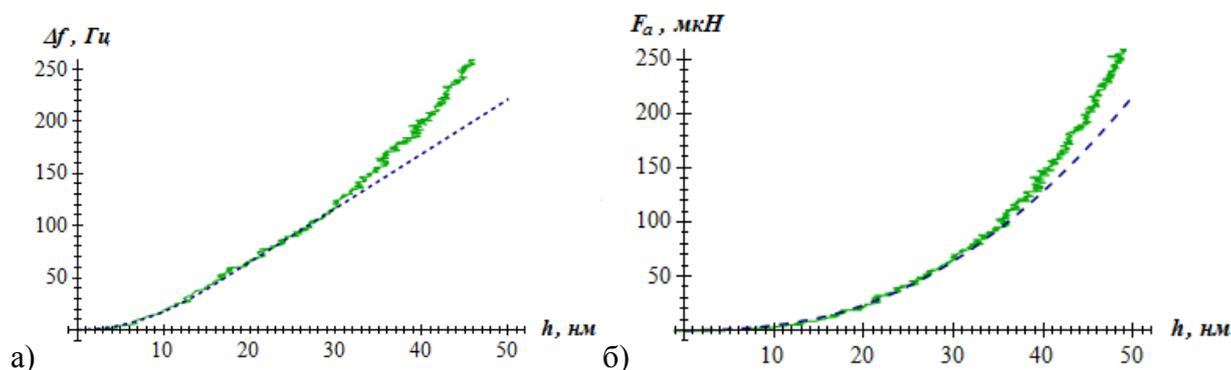


Рисунок 4.16 – Экспериментальные (сплошные линии) и теоретические кривые (пунктир) сдвига резонансной частоты (а) и средней силы (б), полученные для образца плавленого кварца.

На рисунках 4.17 а и 4.17 б представлены зависимости сдвига резонансной частоты и силы при внедрении в слой кремния тестовой структуры TGZ2. Используются значения $E = 180$ ГПа, $\nu = 0.27$, из рисунков также видно совпадение кривых при небольших углублениях зонда в поверхность.

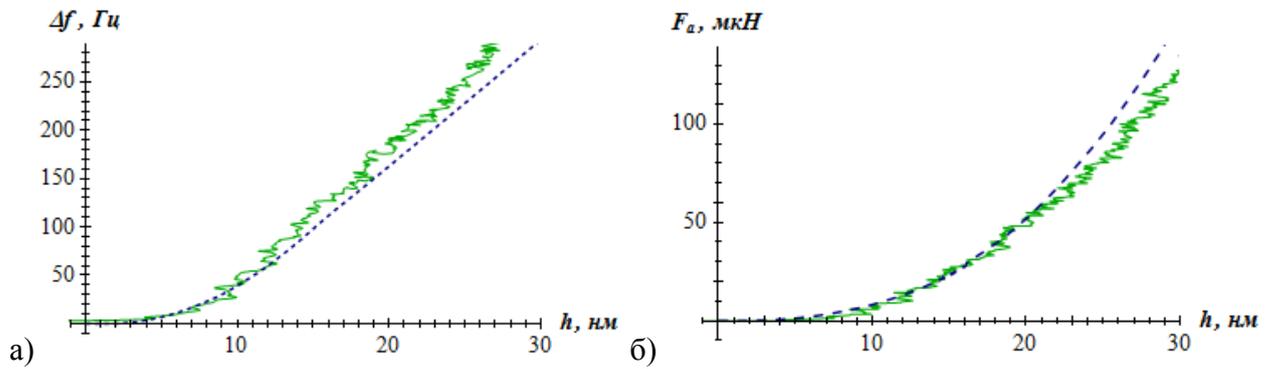


Рисунок 4.17 – Экспериментальные (сплошные линии) и теоретические кривые (пунктир) сдвига резонансной частоты (а) и средней силы (б), полученные на слое Si тестовой структуры TGZ2.

Таким образом, представленная модель подтверждается экспериментальными данными. Приближение затупленной пирамиды усеченным конусом является полезным для игл, которые не были затуплены в процессе долгой работы. Приближение острий таких инденторов параболоидом вращения является неэффективным, так как параметры подобного параболоида будут зависеть от глубины взаимодействия иглы с поверхностью образца. В то же время затупленные иглы неэффективны для задач наноиндентирования, что делает актуальным применение именно модели, рассматривающей индентор в виде усеченного конуса.

Представленная модель, выраженная зависимостями (4.18), (4.23), будет использоваться в дальнейшем для построения карт модуля упругости в процессе сканирования образца.

4.4 Упруго-пластическое взаимодействие с образцом. Расчеты и экспериментальная проверка.

Представленная в данном разделе модель была опубликована в работе [109]. В основе рассматриваемого подхода лежат соотношения (1.74), (1.75), из которых можно получить соотношение:

$$\frac{dF}{dh} = 2\beta_{ind}E^* \sqrt{\frac{F_{max}}{\pi h}}. \quad (4.24)$$

Рассмотрим внедрение индентора в образец, на которое дополнительно наложено осциллирующее движение (см. (3.61)). Предположим, что внедрение в образец является достаточно медленным: изменение глубины погружения индентора за один период колебаний

мало по сравнению с его амплитудой. В таком случае можно считать, что в течение каждого периода колебаний индентор совершает повторное нагружение в поверхность на глубину, на которую уже углублялся ранее. Основываясь на предположении о полностью упругом повторном нагружении глубины [9,110], можно считать, что производная $\frac{dF}{dh}$ соответствует производной от текущего значения приложенной нагрузки F . В рамках данного подхода вся кривая зависимость силы F от глубины h состоит из множества индентов с частичным разгрузением (рисунок 4.18), к каждому из которых применима зависимость (4.24).

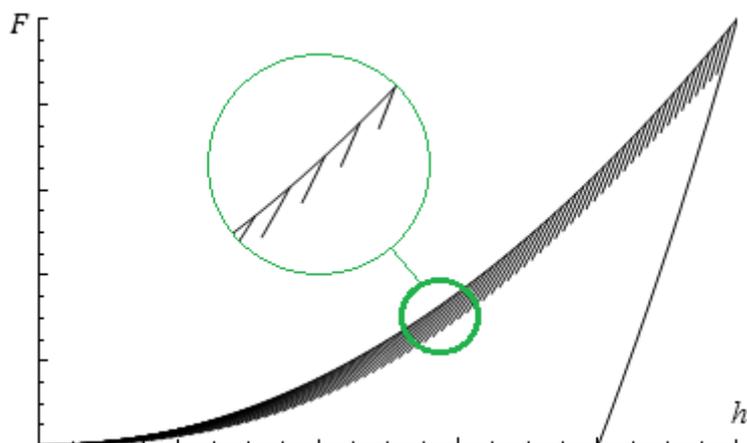


Рисунок 4.18 – Схематичная зависимость силы F от глубины погружения h для случая медленного нагружения индентора, совершающей быстрые осцилляции.

Для погружений, больших чем амплитуда колебаний ($h \gg A$), максимальная за цикл сила F_{max} слабо отличается от среднего за период колебаний значения силы F_a (см. формулу (4.8)), в связи с чем зависимость (4.24) можно переписать в виде:

$$\frac{dF}{dh} = 2\beta_{ind}E^* \sqrt{\frac{F_a}{\pi H}}, \quad (4.25)$$

кроме того, при данном приближении зависимость силы от глубины можно переписать в виде:

$$F \approx F_a + \frac{dF}{dh}(h - h_a). \quad (4.26)$$

Переходя к зависимости силы от вертикальной координаты $z = -h$ (см. (4.1)), можно вычислить компоненту $F_c(F)$, определяющую сдвиг частоты колебаний; согласно (3.63) и учитывая гармонический закон колебаний (3.61):

$$F_c(F) = A \frac{dF}{dh}. \quad (4.27)$$

Для избежания путаницы, связанной со знаком, связывающим вертикальную координату и глубину ($z = -h$), заметим, что в данных уравнениях производная $\frac{dF}{dh}$ записана в предположении, что аргументом силы является z : $\frac{dF}{dh} = \frac{dF(z(h))}{dh} = -\frac{dF(z)}{dz}$. Аналогично рассмотрению пункта 3.3, из первого уравнения системы (3.66):

$$m\omega^2 - k_0 \approx \frac{dF}{dh}. \quad (4.28)$$

Учитывая определение $\omega_0 = \sqrt{k_0/m}$ из данного уравнения следует:

$$\frac{\omega^2 - \omega_0^2}{\omega_0^2} = \frac{\frac{dF}{dh}}{k_0}. \quad (4.29)$$

Для всех представленных ниже экспериментов сдвиг резонансной частоты не превышает величины порядка 1 кГц, в то время как резонансная частота колебаний зонда составляет 10 кГц, поэтому $\omega^2 - \omega_0^2 \approx 2\Delta\omega\omega_0$, откуда следует ($f = \frac{\omega}{2\pi}$):

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{\Delta\omega}{\omega_0} = \frac{1}{2} \frac{\frac{dF}{dh}}{k_0}, \quad (4.30)$$

данное уравнение совместно с равенством (4.24) приводит к зависимости:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \beta_{ind} \frac{E^*}{k_0} \sqrt{\frac{F_a}{\pi H}}. \quad (4.31)$$

Как было указано в разделе 1.4, коэффициент β_{ind} слабо отличается от единицы; кроме того, в случае практического применения коэффициент k_0 , а точнее отношение f_0/k_0 подбирается в процессе калибровки, поэтому для дальнейших рассмотрений положим $\beta_{ind} = 1$, тогда из уравнения (4.31) следует:

$$\frac{H}{E^{*2}} = \frac{F_a}{\pi} \left(\frac{1}{k_0} \frac{f_0}{\Delta f} \right)^2. \quad (4.32)$$

Таким образом, зависимость (4.32) позволяет вычислять отношение H/E^{*2} (а так как свойства иглы индентора известны, то и отношение H/E^2) исходя из данных о сдвиге резонансной частоты Δf и средней за период силы F_a . Единственным калибровочным параметром при этом является отношение f_0/k_0 .

Выражение (4.32) позволяет произвести экспериментальную проверку полученных результатов. Было проведено внедрение осциллирующего зонда в поверхности плавленого кварца и ПММА.

Для плавленого кварца были получены зависимости средней силы F_a и сдвига резонансной частоты Δf . Для использованного зонда было определено значение константы f_0/k_0 : оно было выбрано так, чтобы при больших углублениях ($h \sim 100$ нм) соотношение (4.32) выполнялось для твердости $H \approx 9.5$ ГПа и модуля упругости $E^* \approx 70$ ГПа. Соответствующее значение f_0/k_0 составило 8.0 Гц.

Для определенного значения f_0/k_0 , и $E^* = 70$ ГПа эти же данные можно представить в виде зависимости твердости от глубины, соответствующее изображение приведено на рисунке 4.19а.

Зависимости приложенной силы и сдвига резонансной частоты также были получены для образца ПММА. Используя значение $E^* = 4.5$ ГПа, была получена зависимость твердости от глубины, представленная на рисунке 4.19б.

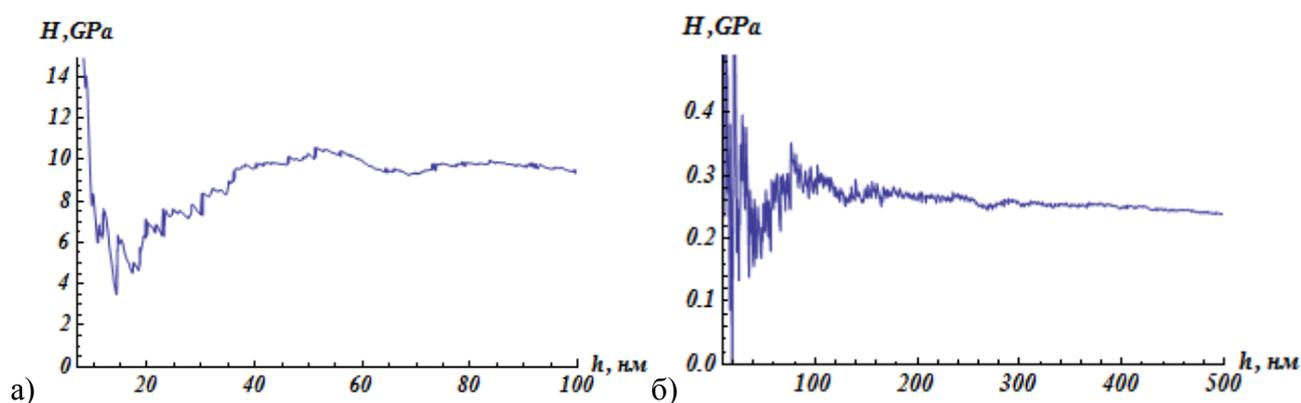


Рисунок 4.19 – Зависимости твердости от глубины, рассчитанные в предположении, что модуль упругости является заранее известным: а) - зависимость для плавленого кварца ($E^* = 70$ ГПа), б) – зависимость для ПММА ($E^* = 4.5$ ГПа).

Из полученных зависимостей видно, что значения твердости H (являющейся аналогичной величиной к H/E^2) является завышенным при малых глубинах, затем заниженным и потом выходит на более стабильную величину. Первый эффект можно связать с тем, что используемое приближение является верным только для полностью контактных колебаний, второй – с тем что пластическая деформация недостаточно развита – не присутствует по всей площади индентора с острием.

Рассмотрим первый эффект. Из первого уравнения системы (3.66), для малых сдвигов резонансных частот $\Delta f \ll f_0$ следует:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{Fc(F)}{k_0 A}. \quad (4.33)$$

Учитывая определение $Fc(F)$ (уравнение (3.63)), можно записать:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{1}{2\pi} \frac{1}{Ak_0} \int_{-\pi}^{\pi} F \left(z \left(\frac{\tau}{2\pi f} \right) \right) \cos(\tau) d\tau. \quad (4.34)$$

Можно заметить, что данное уравнение является прямым аналогом уже известного соотношения (1.120). Не переходя к рассмотрению конкретного закона, задающего зависимость силы от перемещения, заметим, что, используя соотношение (4.8), можно записать:

$$Ak_0 \frac{\Delta f}{f_0} = \frac{1}{2\pi} \int_{-\pi}^{\pi} F \left(z \left(\frac{\tau}{2\pi f} \right) \right) \cos(\tau) d\tau < F_a. \quad (4.35)$$

Откуда, с учетом (4.32) имеет место неравенство:

$$H = \frac{F_a}{\pi} \left(\frac{E^* f_0}{k_0 \Delta f} \right)^2 > \frac{1}{\pi F_a} (E^* A)^2. \quad (4.36)$$

При $A \rightarrow z_0$ (см. (3.61)), т.е. в ситуации когда зонд находится над поверхностью и касается ее только в течение бесконечно малого промежутка времени естественно считать, что средняя сила взаимодействия стремится к нулю: $F_a \rightarrow 0$. Отсюда и из неравенства (4.36) следует, что вычисленное значение твердости (или, что в данном случае эквивалентно, отношение H/E^2) стремится к бесконечности: $H \rightarrow \infty$, что и наблюдается на данных рисунка 4.19.

Рассмотрим второй эффект, связанный с отсутствием пластической деформации поверхности. Предположим, что деформация является чисто упругой, и проанализируем к каким результатам приводит расчет, основанный на приведенных выше зависимостях. В параболическом приближении формы индентора из соотношений (1.1), (1.29), а также из соотношения (1.71) следует, что возникающая сила выражается зависимостью:

$$F = \frac{4}{3} \frac{E^*}{R} \left(\frac{A}{\pi} \right)^{3/2}. \quad (4.37)$$

В случае полного контакта, когда глубина индентирования в несколько раз превысила амплитуду колебаний, можно считать $F \approx F_a$, тогда из формального применения формулы (4.32) получается фиктивная величина твердости H_f :

$$H_f = \frac{1}{\pi} \left(F \cdot \left(\frac{2E^*}{\sqrt{3}R} \right)^2 \right)^{1/3}. \quad (4.38)$$

В то же время для упругой деформации согласно формуле (1.30) максимальное давление p_{max} определяется соотношением:

$$p_{max} = \frac{2E^*}{\pi R} \sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad (4.39)$$

Как было указано выше, рассматривается чисто упругий контакт, поэтому $p_{max} < H$. Из данного неравенства, а также зависимостей (4.38), (4.39) следует:

$$H_f < \left(\frac{2}{3}\right) H. \quad (4.40)$$

Неравенством (4.40) подтверждается предположение о том, что занижение вычисленного значения твердости при малых глубинах может быть вызвано недостаточно развитой или отсутствующей пластической деформацией.

Следовательно, в данных о твердости, получаемых в ходе сканирования и на начальных участках кривых подвода может содержаться методическая ошибка, обусловленная данным эффектом.

Таким образом, в ходе проведенных исследований были получены аналитические зависимости, устанавливающие взаимосвязь сдвига резонансной частоты зонда, статической силы прижима и амплитуды колебаний с упругими свойствами исследуемого материала. Показано как форма и радиус кривизны кончика зонда влияют на вид этих зависимостей.

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

Все полученные аналитические зависимости подтверждены экспериментальными исследованиями, продемонстрировавшими применимость использованного подхода и доказавшими возможность количественного измерения модуля упругости и твердости методом кривых подвода при использовании пьезорезонансного зонда и контроле силы прижима, частоты и амплитуды автоколебаний.

Глава 5 Электрический ток, протекающий через область контакта острия индентора с образцом

При проведении электрических измерений с использованием СЗМ одной из основных проблем является оценка размера контактной площадки, образующейся между зондом и материалом и обеспечение надежного электрического контакта между острием и образцом. Наличие разного рода загрязнений, окисленных поверхностей и просто адсорбированной воды существенно искажает данные об истинной проводимости материала, маскируя объемные свойствами контактными явлениями. Использование пьезорезонансных зондов, обладающих достаточно высокой изгибной жесткостью и контролирующей целый ряд контактных параметров, позволяет в ряде случаев путем совместной обработки ряда экспериментальных данных получать информацию об истинных электрических свойствах исследуемого материала.

5.1 Электрический ток при квазистатическом контакте индентора с поверхностью

Полученные зависимости для упругого контактного взаимодействия при полуконтактном режиме работы зонда позволяют осуществить обобщение полученных результатов на задачу о протекании тока через меняющуюся во времени контактную площадку. Рассматривается геометрия контакта, представленная на рисунке 5.1: контактируют два тела с удельными сопротивлениями ρ_1 и ρ_2 ; радиус пятна контакта равен a .

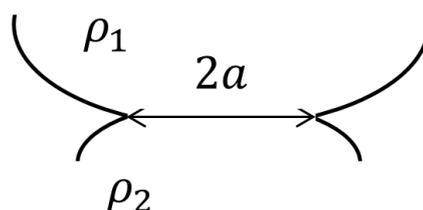


Рисунок 5.1 – Иллюстрация упругого контакта двух токопроводящих тел вращения с различным удельным сопротивлением и упругими константами.

Согласно [111] сопротивление контакта:

$$R_{\Omega} = \frac{\rho_1 + \rho_2}{2a}. \quad (5.1)$$

В случае омического контакта при приложении напряжения U между индентором и образцом через контакт будет протекать ток:

$$I = \frac{U}{R_{\Omega}} = \frac{2Ua}{\rho_1 + \rho_2}. \quad (5.2)$$

Сначала проведем рассмотрение квазистатического нагружения зонда. В случае чисто упругого контакта, описываемого моделью Герца, уравнения (1.1) и (1.29) позволяют связать силу с контактным радиусом. Контактную силу в данном случае обозначим символом F_{el} , тогда можно записать:

$$F_{el} = \frac{4}{3} \frac{E^*}{R} a^3. \quad (5.3)$$

Таким образом,

$$F_{el} \frac{U^3}{I^3} = \frac{1}{6} \frac{E^*}{R} (\rho_1 + \rho_2)^3. \quad (5.4)$$

Т.е. отношение $\frac{F_{el}}{I^3}$ остается постоянным в случае упругого внедрения индентора в гомогенный образец.

В случае чисто пластической деформации материала контактная сила F_{pl} связана с твердостью H соотношением:

$$F_{pl} = \pi a^2 H. \quad (5.5)$$

Из уравнений (5.5) и (5.2) следует, что в случае пластической деформации:

$$F_{pl} \frac{U^2}{I^2} = \frac{\pi H}{4} (\rho_1 + \rho_2)^2. \quad (5.6)$$

Т.е. отношение $\frac{F_{pl}}{I^2}$ остается постоянным в случае пластического внедрения индентора в гомогенный образец.

Соотношение (5.6) было опубликовано в работе [112], в которой также были представлены экспериментальные результаты для случая индентирования слоя золота. Данные кривые зависимости тока от приложенного напряжения при заданной нагрузке, а также квадрата тока от измеренного значения силы приведены на рисунках 5.2 а и б.

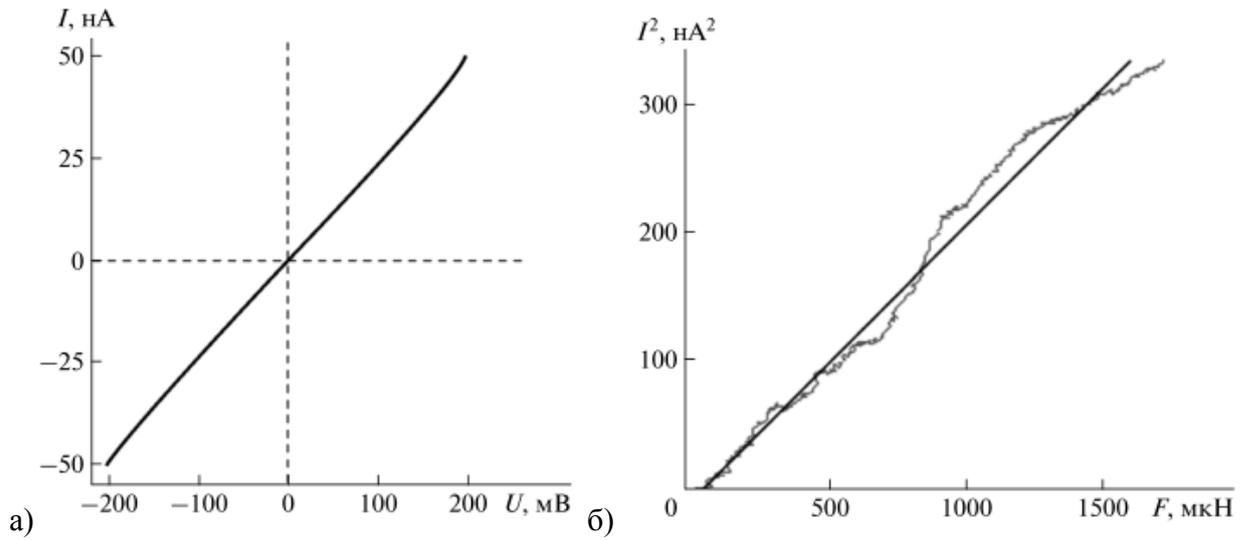


Рисунок 5.2 – а) Вольт-амперная характеристика контакта индентер-золото при постоянной силе прижима 0.8 мН [112] б) зависимость квадрата значения силы тока от силы прижима [112].

5.2 Электрический ток при динамическом контакте индентора с поверхностью. Расчеты и экспериментальная проверка.

Проведем рассмотрение динамического нагружения индентора в образец. В случае упругого взаимодействия по модели Герца из определения соотношения (4.1), а также из (1.29) следует связь контактного радиуса с вертикальной координатой положения иглы:

$$a(t) = \sqrt{-rz}. \quad (5.7)$$

Учитывая (5.1), среднее значение тока может быть представлено в виде:

$$I_a = \frac{\omega}{2\pi} \int_0^{\frac{2\pi}{\omega}} \frac{U}{\rho_1 + \rho_2} 2a(t) dt, \quad (5.8)$$

или, учитывая (5.7) и (3.61) и производя вычисления ($\xi = z_0/A$):

$$I_a = \frac{2U}{\rho_1 + \rho_2} \frac{\sqrt{AR}}{\pi} \begin{cases} \sqrt{2} \left(2E_{\text{elliptic}} \left[\frac{1-\xi}{2} \right] - (1+\xi) K_{\text{elliptic}} \left[\frac{1-\xi}{2} \right] \right) & |\xi| < 1 \\ 2\sqrt{-1-\xi} E_{\text{elliptic}} \left[\frac{2}{1+\xi} \right] - \xi > 1 \end{cases}. \quad (5.9)$$

Для предельных случаев имеют место равенства:

$$I_a = \frac{2U}{\rho_1 + \rho_2} \begin{cases} \sqrt{RA} \frac{(1 - z_0/A)}{2\sqrt{2}} z_0/A \lesssim 1 \\ \sqrt{-Rz_0} - z_0/A \gg 1 \end{cases} . \quad (5.10)$$

Прибором «НаноСкан» 3Д регистрируется именно средняя за период колебаний сила F_a , которая для упругого случая была вычислена в разделе 4.2 (см. (4.9)). В предельных случаях начального участка касаний поверхности ($\xi \lesssim 1$) и в случае больших по сравнению с амплитудой колебаний углублений ($-\xi \gg 1$) формула (4.9) описывается зависимостью (4.10). Отбрасывая слагаемые высшего порядка малости из соотношений (4.9) и (4.10) следует:

$$F_a = \begin{cases} I_a^2 \frac{E^*}{\sqrt{2}} \sqrt{\frac{A}{R}} \left(\frac{\rho_1 + \rho_2}{U}\right)^2, z_0/A \lesssim 1 \\ \frac{1}{6} I_a^3 \frac{E^*}{R} \left(\frac{\rho_1 + \rho_2}{U}\right)^3, \frac{z_0}{A} \ll -1 \end{cases} . \quad (5.11)$$

Из данных соотношений следует, что, как и следовало ожидать, при больших по сравнению с амплитудой углублениях в материал, отношение $\frac{F_a}{I^3}$ становится постоянной величиной: так же как и в случае квазистатического упругого нагружения (см. (5.4)).

Интересным является тот факт, что также как и в случае чисто пластического нагружения, на начальном участке взаимодействия ($z_0/A \lesssim 1$) остается постоянным отношение $\frac{F_a}{I^2}$: первое уравнение системы (5.11) может быть получено из уравнения (5.6) формальной заменой

$$H \rightarrow \frac{4}{\pi\sqrt{2}} E^* \sqrt{\frac{A}{R}}.$$

С другой стороны, в предельных случаях упругого колебательного взаимодействия сдвиг резонансной частоты $\Delta f = \frac{\omega - \omega_0}{2\pi}$ описывается системой (4.6), из которой вместе с уравнением (5.10) следует (в предположении $\omega - \omega_0 \ll \omega_0$):

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \begin{cases} I_a^2 \left(\frac{\rho_1 + \rho_2}{U}\right)^2 \frac{\sqrt{2}}{\sqrt{AR} k_0} \frac{E^*}{U} z_0/A \lesssim 1 \\ I_a \frac{1}{2 k_0} \frac{E^* (\rho_1 + \rho_2)}{U} - z_0/A \gg 1 \end{cases} . \quad (5.12)$$

То есть инвариантными по отношению к глубине при упругом внедрении в гомогенный материал являются отношения $\frac{\Delta f}{I_a^2}$ для начального участка кривой подвода и $\frac{\Delta f}{I_a}$ при больших углублениях.

Случай колебаний при наличии пластической деформации сводится к рассмотренному выше случаю упругой деформации, если считать что радиус R соответствует «эффективной форме индентора» (см. рис. 1.9). Данная ситуация соответствует случаю, когда скорость поступательного углубления в образец намного меньше скорости колебаний $A\omega$: в таком случае можно считать, что за каждый период колебаний зонд практически не углубляется в поверхность по сравнению с предыдущим периодом, а значит упруго взаимодействует с поверхностью (см. предположение пункта 4.4 о упругом характере повторных нагружений поверхности).

Тем не менее, в рамках такого объяснения первое уравнение системы (5.12) уже не задает инвариантных по отношению к углублению соотношений, так как в процессе нагружения меняется радиус R , соответствующий эффективной форме индентора. Тем не менее, для случая $-z_0/A \gg 1$ второе соотношение системы (5.12) остается в силе.

В дополнение к полученным аналитическим зависимостям можно заметить, что не смотря на то, что выражения (4.5), (4.9) и (5.9) содержат довольно сложные функции в виде эллиптических интегралов, связать входящие в них величины F_a , I_a , и $\omega = 2\pi f$ можно с помощью уравнения:

$$F_a = h \left(\frac{I_a \rho_1 + \rho_2}{U} E^* + \frac{A^2}{h^2} \left(\frac{5}{6} k_0 \left(1 - \frac{f_0^2}{f^2} \right) - \frac{I_a \rho_1 + \rho_2}{U} E^* \right) \right). \quad (5.13)$$

Важной особенностью данного уравнения является отсутствие в нем радиуса кривизны зонда R . Учитывая указанное выше замечание о том, что учет пластической деформации сводится к рассмотрению упругих колебаний тела с радиусом кривизны R , соответствующим «эффективной форме индентора», можно утверждать, что уравнение (5.13) остается также верным и для случая пластической деформации.

Экспериментальное подтверждение второго уравнения системы (5.10), а также второго уравнения (5.12) можно найти в работе [112]. Соответствующие кривые приведены на рисунке 5.3.

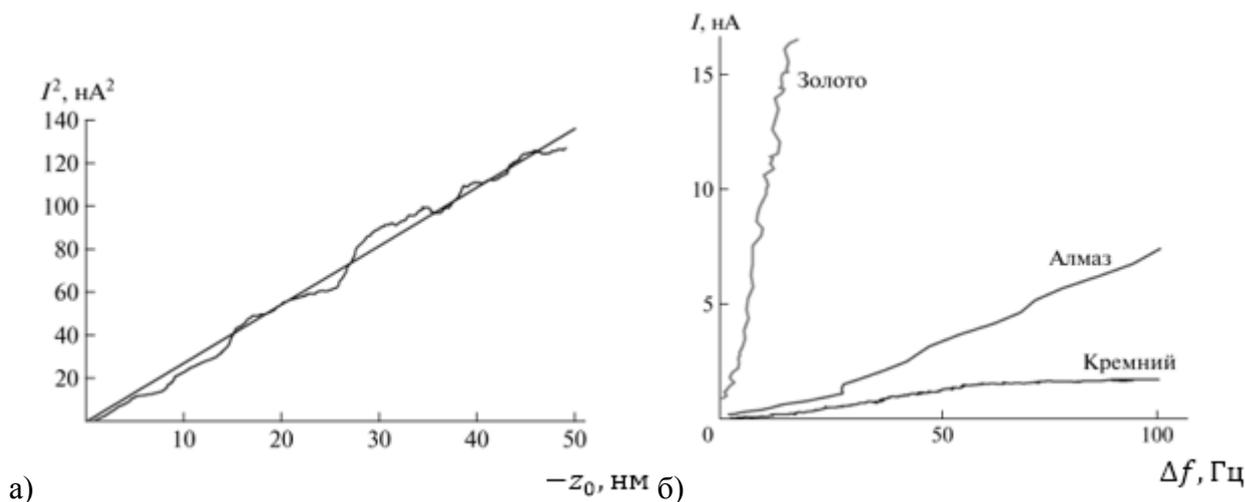


Рисунок 5.3 – а) Зависимость $I_a^2(-z_0)$, полученная при нагружении алмаза легированного бором. Напряжение 5В, максимальная сила нагружения 0.5 мН б) зависимость $I_a^2(\Delta f)$, напряжение смещения: 0.5 В для кремния и алмаза, 0.1 В – для золота.

Проведенный анализ показал реализуемость процедуры измерения удельной проводимости тестируемого материала с использованием пьезорезонансного зонда с токопроводящим индентором. Ключевым моментом при такого рода измерениях является возможность исключения детальной информации о форме кончика индентора из окончательного выражения для удельного сопротивления материала за счет использования информации о величине сдвига резонансной частоты используемого зонда. Использование комплексного подхода, предполагающего контроль, как величины тока, так и сдвига резонансной частоты, позволил получить ряд выражений инвариантных по отношению к глубине погружения зонда в исследуемый материал и тем самым повысить точность измерений удельного сопротивления с помощью кривых подвода.

Глава 6 Анализ явлений, влияющие на амплитуду колебаний зонда

Как было показано в обзоре, существует множество физических факторов влияющих на амплитуду вынужденных колебаний резонансного зонда. Высокое значение исходной добротности пьезорезонансного зонда делает камертонный зонд достаточно чувствительным к разного рода диссипативным силам возникающим в области контакта. В данной главе рассмотрены два наиболее значимых для зондов, используемых в приборах семейства «НаноСкан», механизмов потерь – вязкие потери в приповерхностном слое жидкости и потери связанные с пластической деформацией образца в области контакта алмазного индентора с поверхностью. Также в данной главе будет рассмотрено влияние параметром электронного тракта схемы самовозбуждения на зависимость амплитуды установившихся колебаний от сдвига резонансной частоты, вызванного привнесенной контактной жесткостью.

6.1 Влияние слоя вязкой жидкости, находящейся на поверхности образца.

Расчет и результаты модельного эксперимента.

В данном разделе рассматривается задача о растекании слоя жидкости, находящейся на плоской поверхности образца при движении в ней зонда. Как было отмечено в разделе 1.7, подобная задача уже была рассмотрена для случая столкновения сферических тел в жидкости. Было оговорено, что данная задача решена для случая, когда тела погружены в бесконечный объем жидкости. В данном случае предлагается провести рассмотрение для слоя конечной толщины.

Рассмотрим два варианта формы зонда. В случае «а» ([113] рис. 6.1а) зонд представляет тело цилиндрической формы с параболическим наконечником, причем в процессе колебаний вся параболическая часть является погруженной в жидкость. В случае «б» (рис. 6.1б) вся поверхность зонда, погруженная в жидкость, является параболической.

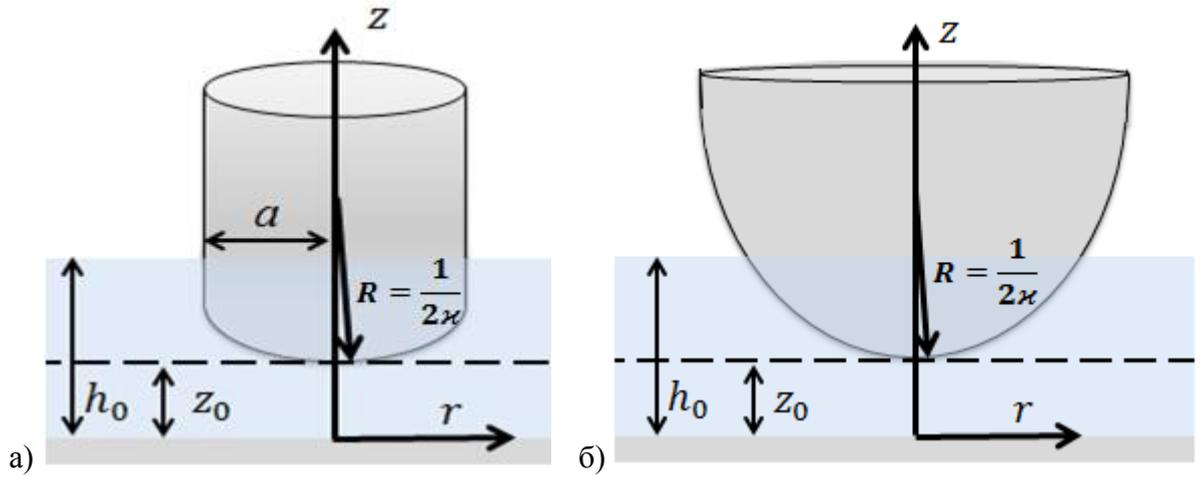


Рисунок 6.1 – Геометрия задачи о касании сферической иглой твердой подложки покрытой слоем вязкой жидкости.

Для обоих случаев рассмотрим цилиндрическую систему координат, выбрав начало отсчета на пересечении поверхности образца с осью симметрии. Для обоих случаев введем обозначение:

$$H(r, 0) = z_0 + \kappa r^2. \quad (6.1)$$

Также предполагается, что в обоих случаях зонд совершает гармонические колебания:

$$H(r, t) = z_0 + \kappa r^2 - A \cos(\omega t). \quad (6.2)$$

Если поверхность жидкости является свободной, то граничное условие для давления имеет вид: $p(r, t) = 0$. Для случая «а» и «б» это условие может быть записано в виде:

$$p_a(r, t) = 0, \forall r \geq a, \quad (6.3)$$

$$p_b(r, t) = 0, \forall r, t: H(r, t) \geq h_0. \quad (6.4)$$

Соответствующие решения для случаев «а» и «б» имеют вид:

$$p_a(r, t) = \begin{cases} \frac{3A\mu\omega \sin(\omega t)}{2\kappa} \left(\frac{1}{(z_0 + r^2\kappa - A \cos(\omega t))^2} - \frac{1}{(z_0 + a^2\kappa - A \cos(\omega t))^2} \right), & r < a \\ 0, & r \geq a \end{cases}, \quad (6.5)$$

$$p_b(r, t) = \begin{cases} \frac{3A\mu\omega \sin(\omega t)}{2\kappa} \left(\frac{1}{h_0^2} - \frac{1}{(z_0 + r^2\kappa - A \cos(\omega t))^2} \right), & H(r, t) \leq h_0 \\ 0, & H(r, t) > h_0 \end{cases}. \quad (6.6)$$

Следует отметить, что в силу условия применимости уравнения Рейнольдса (которое в данном случае может быть записано как $R \gg h$) случай «а» фактически сводится к случаю бесконечного слоя жидкости. Действительно, в точке перехода формы зонда из параболической в цилиндрическую условие $R \gg h$ нарушается, а значит и уравнение Рейнольдса не может быть применено. Обеспечить применимость данного уравнения можно путем перехода $a \rightarrow \infty$. Однако, в таком случае, в силу описанного выше условия о нахождении параболической части зонда в жидкости в процессе всего периода колебаний, следует положить $h_0 \rightarrow \infty$. Таким образом, величина силы в случае «а» полностью сводится к описанному выше выражению (1.92), и случай «а» является частным случаем случая «б». Можно показать, что с точностью до слагаемых порядка $o(\beta h)$, выражение для силы может быть представлено в виде:

$$F^{visc}(t) = \int_0^{r_1: p(r_1, t)=0} 2\pi r p(r, t) dr. \quad (6.7)$$

Тогда в случае «б» вычисления силы приводят к выражению:

$$F_b^{visc}(t) = \frac{3\pi A \mu \omega (h_0 - z_0 + A \cos(\omega t))^2 \sin(\omega t)}{2h_0^2 \kappa^2 (-z_0 + A \cos(\omega t))}. \quad (6.8)$$

Представляется возможным вычислить вязкие потери, связанные с наличием слоя жидкости. Работа W , совершаемая вязкой силой за период:

$$W = \int_S (\vec{F} d\vec{s}) = \omega A \int_0^{2\pi} F(t) \sin(\omega t) dt. \quad (6.9)$$

Для случая «а» (с учетом перехода $a \rightarrow \infty$) и случая «б» данные выражения имеют вид:

$$W_a = \frac{3\mu\pi^2 A \omega}{2\kappa^2} \left(\frac{z_0}{A} + \sqrt{\frac{z_0^2}{A^2} - 1} \right), \quad (6.10)$$

$$W_b = \frac{3\mu\pi^2 A \omega}{2\kappa^2} \left(\frac{A^2}{2h_0^2} \left(2 \frac{h_0}{A} + \frac{z_0}{A} \right) + \frac{z_0}{A} + \sqrt{\frac{z_0^2}{A^2} - 1} \right). \quad (6.11)$$

Выражение (6.10) можно переписать, используя величину радиуса кривизны кончика зона $R = \frac{1}{2\kappa}$:

$$W_a = 6 \mu \pi^2 A \omega R^2 \left(\frac{z_0}{A} + \sqrt{\frac{z_0^2}{A^2} - 1} \right), \quad (6.12)$$

Как следует из выражений (6.10), (6.11), несмотря на то, что согласно выражениям (6.5), (6.6) и (6.7), (6.8) для обоих случаев при $z_0 = A$ сила и давление обращаются в бесконечность, в момент касания работы W_a и W_b являются конечными величинами:

$$W_a = \frac{3\mu\pi^2 A \omega}{2\kappa^2}, \quad (6.13)$$

$$W_b = \frac{3\mu\pi^2 A \omega}{2\kappa^2} \left(\frac{1}{2} \frac{A^2}{h_0^2} + \frac{A}{h_0} + 1 \right). \quad (6.14)$$

Как следует из раздела 1.6, типичные для комнатных условий толщины слоев адсорбированных жидкостей не превышают 1-2 нм, в то время как амплитуда колебаний зонда составляет величину порядка 100 нм. Таким образом, в данной ситуации при касании зонда поверхности данные формулы неприменимы; более того, для подобных слоев следует учитывать влияние сжимаемости и капиллярные эффекты.

Тем не менее, полученные формулы могут быть применены для достаточно толстых слоев жидкости: больше нескольких сотен нанометров. В случае $h_0 \gg A$ для колебаний зонда в слое воды ($\mu \sim 10^{-3}$ Па·с), для достаточно тупых зондов можно принять $\kappa \sim \frac{1}{2R} \sim 0.001$ нм⁻¹, в таком случае при $A \sim 100$ нм, $\omega \sim 11.3$ кГц $\cdot 2\pi$. При таких параметрах $W_{diss} = W_a \sim 10^{-16}$ Дж, компонента $F_s \sim 0.33$ нН, а мощность потерь $P_a \sim 10^{-11}$ Вт. Как видно из рисунков 3.8, 3.9 подобные величины потерь не могут привести хоть к сколько-нибудь значимому падению амплитуды колебаний, однако, при меньшем коэффициенте K и, соответственно, меньших амплитудах возбуждения влияние вязкого слоя может быть существенно.

Для того, чтобы оценить параметры слоя и значение амплитуды колебаний, при котором демпфирование становится значительным, рассмотрим второе уравнение системы (3.66), полагая согласно уравнению (3.74) $F_s = -\frac{W_a}{\pi A} = \frac{3\mu\pi^2 \omega}{2\beta^2}$:

$$A(\gamma_0 - \alpha K c_{lim} \beta R_1) \omega - 2\alpha U_0 K \left(\sqrt{1 + \frac{U_{lim}^2}{A^2 \beta^2 R_1^2 \omega^2}} - \frac{U_{lim}}{A \beta R_1 \omega} \right) = -\frac{3\mu\pi^2 \omega}{2\kappa^2}. \quad (6.15)$$

Для приведенных в разделах 3.4 и 3.5 оценок параметров зонда и колебательного контура ($\alpha \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $\beta \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{Н}}{\text{В}}$, $c_{lim} \sim 0.5$, $R_1 \sim 35$ кОм, $\omega \sim 11.3$ кГц $\cdot 2\pi$, $\gamma_0 \sim 0.37$ Н $\cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$, $U_{lim} \sim 0.2$ В, $U_0 \sim 7.1$ В), можно построить зависимость отношения амплитуды A в случае колебаний до касания поверхности ($A = z_0$) в слое с вязкостью μ к амплитуде колебаний в отсутствие данного слоя. Соответствующие зависимости для начальных амплитуд $A_0 = 5$ нм и

$A_0 = 10$ нм представлены на рисунке 6.2. Для всех кривых параметр $\kappa \sim \frac{1}{2R} \sim 0.001 \text{ нм}^{-1}$, что соответствует вписанной в кончик зонда сфере радиусом 500 нм.

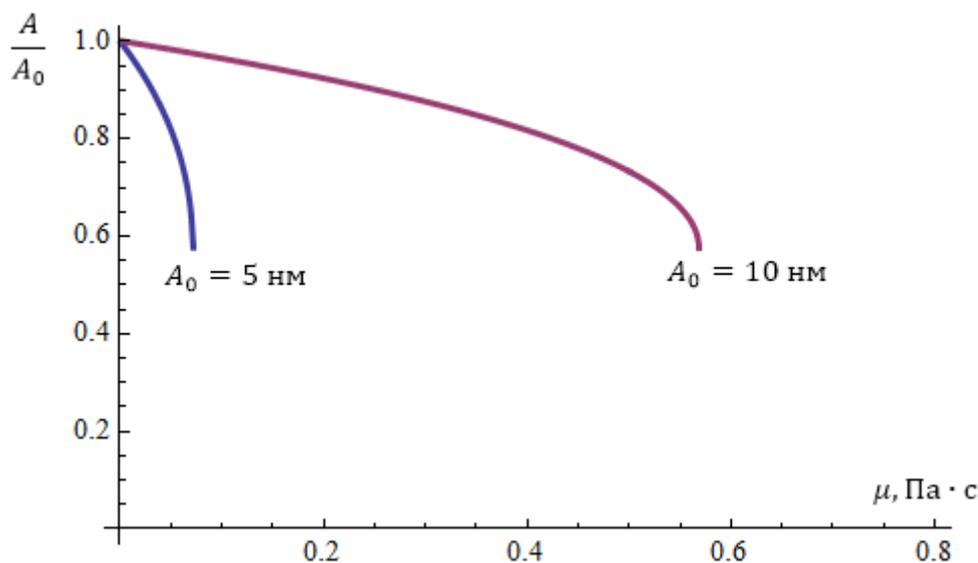


Рисунок 6.2 – Отношение амплитуды колебаний A в слое жидкости до касания твердой поверхности к амплитуде свободных колебаний A_0 для различных вязкостей жидкости.

Как видно из рисунка 6.2, жидкости с вязкостями от 0.05 Па·с до 0.6 Па·с, вполне могут вызвать демпфирование 5-10 нм колебаний зонда. Жидкостями, обладающими данными вязкостями могут являться, например, моторные масла классов 10W-50W при температурах от комнатной до 100 °С [114].

Был поставлен эксперимент, в ходе которого был использован зонд с сапфировой иглой радиусом 17 мкм, а также с иглой радиуса 54 мкм (параметр κ для этих игл составляет 0.12 мкм^{-1} и 0.037 мкм^{-1} соответственно). Для каждой иглы был осуществлен подвод зонда к чистой поверхности, а также к поверхности, покрытой слоем масла (вязкость 0.02 Пуаз) и вазелина (вязкость 0.5 Пуаз). Экспериментальные кривые представлены на рисунке 6.3. Красными (серыми при черно-белой печати) показаны кривые для «острой» иглы (радиус 17 мкм), черные кривые соответствуют «тупой» игле радиусом 54 мкм. Линии, состоящие из точек соответствуют погружению игл в слой вазелина, сплошные – погружению в слой масла, состоящие из штрихов – приближению зонда к чистой поверхности.

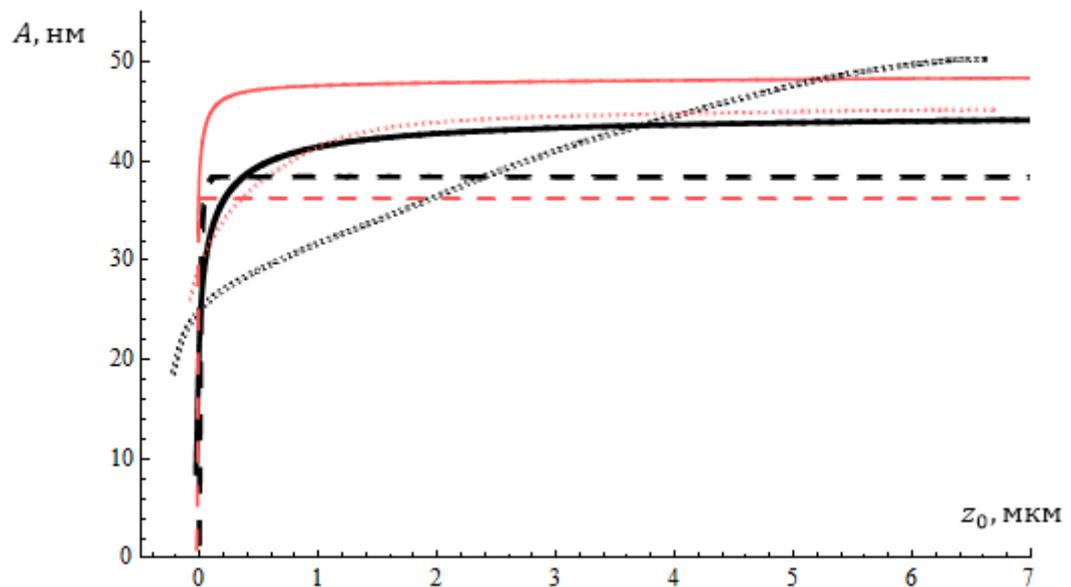


Рисунок 6.3 – Зависимость амплитуды колебаний зонда от вертикальной координаты по мере приближения различных зондов к различным поверхностям (см. описание в тексте).

Условный «ноль» вертикальной координаты, т.е. место расположения твердой поверхности, был определен по точке, в которой частота автоколебаний начинает быстро расти. Данное предположение до некоторой степени обосновано рассуждениями, приведенным в пункте 3.3, рост частоты может быть обусловлен только консервативной силой. Упругую консервативную силу может дать контакт с твердой поверхностью, хотя, конечно же, подобный эффект может быть обусловлен сжимаемостью жидкости. Тем не менее, в данном случае, сжимаемость не учитывается или предполагается, что ее влияние проявляется только при расстояниях от иглы до поверхности много меньших ~ 1 мкм.

Экспериментальные кривые, полученные в масле и вазелине, были сравнены с теоретическими результатами. Использовались описанные выше значения параметров ($\alpha \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{H}}{\text{B}}$, $\beta \sim 1.25 \cdot 10^{-3} \frac{\text{H}}{\text{B}}$, $c_{lim} \sim 0.5$, $R_1 \sim 35 \text{ кОм}$, $\omega \sim 11.3 \text{ кГц} \cdot 2\pi$, $\gamma_0 \sim 0.37 \text{ Н} \cdot \frac{\text{с}}{\text{м}}$, $U_{lim} \sim 0.2 \text{ В}$, $U_0 \sim 7.1 \text{ В}$). Параметр K для каждой кривой был подобран так, чтобы теоретическое значение амплитуды A_0 , соответствующее свободным колебаниям (см. (3.82)) совпадало с экспериментальными значениями амплитуды колебаний в жидкости при больших удалениях от поверхности. Для амплитуд 44.6 нм, 48.4 нм, 38.5 нм, 36.2 нм значения K составили 0.208, 0.2112, 0.2032 и 0.2016 соответственно. Были построены экспериментальные кривые отношения $A(z_0)/A(z_0 = \max(z_0))$, которые затем были перенормированы так, чтобы их ордината при $z_0 = \max(z_0)$ совпадала с теоретической зависимостью. Итоговые кривые приведены на рисунках 6.4, 6.5.

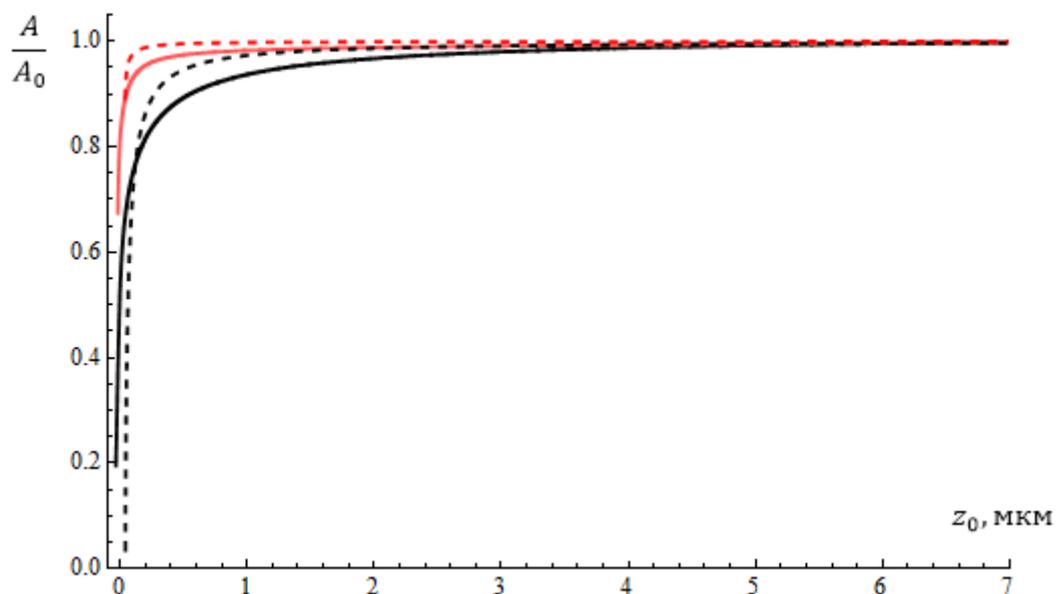


Рисунок 6.4 – Зависимость перенормированного отношения $\frac{A}{A_0}$ для колебаний «острого» (красная линия) и «тупого» (черная линия) зонда в слое масла. Сплошные линии – экспериментальные зависимости, прерывистые – теоретические.

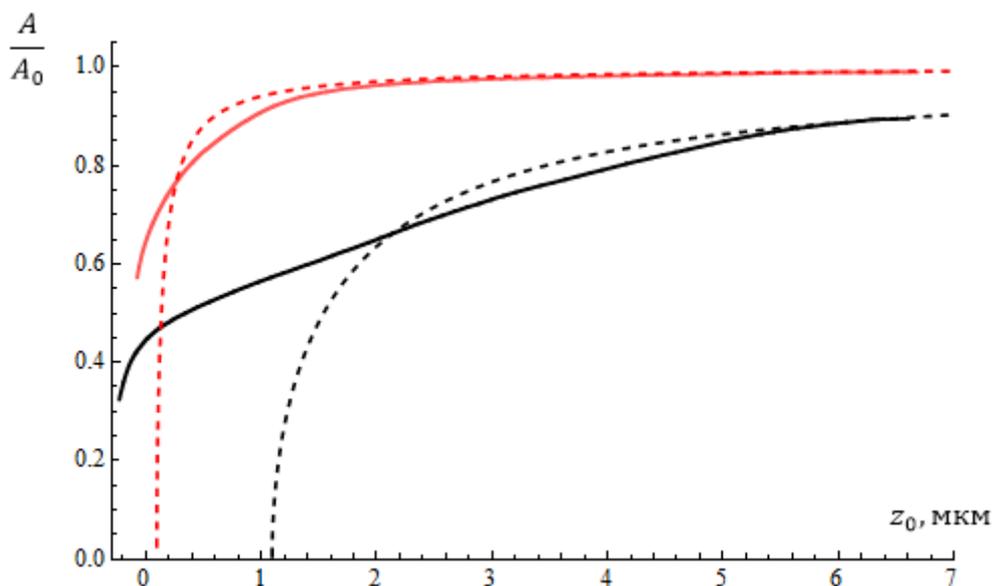


Рисунок 6.5 – Зависимость перенормированного отношения $\frac{A}{A_0}$ для колебаний «острого» (красная линия) и «тупого» (черная линия) зонда в слое вазелина. Сплошные линии – экспериментальные зависимости, прерывистые – теоретические.

Как видно из представленных рисунков, теоретические кривые качественно отражают тенденцию экспериментальных зависимостей. Отличие экспериментальных и теоретических кривых может быть обусловлено тем, что рассмотренная модель автогенераторного тракта только качественно описывает поведение реального прибора и, конечно же, не отражает всех особенностей электронного тракта; кроме того, (см. раздел 3.4) при больших усилениях (больших амплитудах, вдали от точки ее обращения в ноль) показания прибора некорректны и амплитудный детектор прибора является существенно нелинейным, что позволяет лишь качественно сравнить полученные результаты с моделью.

6.2 Оценка влияния капиллярных эффектов

Проведем оценку влияния капиллярных эффектов. Выше (см. разд. 1.5) были описаны механизмы капиллярного взаимодействия сферического тела, плоского образца, и находящегося между ними слоя жидкости. Описанные аналитические модели являются весьма упрощенными, допускают ряд предположений, однако позволяют оценить величину диссипируемой энергии, обусловленной гистерезисом капиллярных сил (см. формулы (1.86)). Для того, чтобы воспользоваться полученной формулой, необходимо определить значения, входящие в формулы (1.80) - (1.82): параметры γ_{SV} , h_{ads} , a_{cont} , R . Для оценки величины h_{ads} заметим, что типичные значения величины адсорбированного слоя вплоть до значений относительной влажности $RH \approx 90\%$ обычно (согласно данным представленным в разделе 1.6) меньше или порядка 1 нм. Для оценки будем считать $h_{ads} = 1$ нм. В таком случае величина d_{on} составит 2 нм. Оценку a_{cont} можно провести с использованием формул (1.29), (1.126). Из этих формул следует, что:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{E^*}{2\sqrt{2}} \frac{a_{cont}^4}{k_0(R_{tip}A)^2} \quad (6.16)$$

Учитывая типичные значения сдвигов резонансных частот при сканировании в несколько Гц будем считать $\frac{\Delta f}{f_0} = 10^{-4}$. Выберем также значение константы жесткости $k_0 = 10^5$ Н/м, а упругие постоянные, соответствующие контакту алмазного индентора с плавленым кварцем: $E^* \approx 70.6$ ГПа. Радиус кривизны индентора выберем равным 100 нм, что соответствует достаточно острой типичной игле (по крайней мере, при углублениях $\gg 1$ А); амплитуду положим равной 10 нм. Тогда типичная величина контактного радиуса составит $a_{cont} \approx 10$ нм.

В соответствии с формулой (1.80) объем мениска составит порядка $V_{men} \approx 10^3 \text{ нм}^3$. Соответствующее расстояние отрыва $d_{off} \approx 10 \text{ нм}$. Согласно разделу 1.5 выберем $\gamma_{SV} = 72 \frac{\text{мДж}}{\text{м}^2}$. В результате значение диссипируемой энергии составит

$$W_{diss} \approx 1.2 \cdot 10^{-16} \text{ Дж.} \quad (6.17)$$

Столь малое значение диссипируемой энергии способно изменить значение 10 нм амплитуды на ничтожно малую величину, согласно формуле (3.84) относительное изменение амплитуды составляет $1.3 \cdot 10^{-3}$, а при начальной амплитуде 100 нм $\sim 3 \cdot 10^{-7}$. По этой причине для пьезорезонансных зондов, используемых в приборах «НаноСкан», данным эффектом можно пренебречь.

Также, учитывая данные, приведенные в разделе 1.5, можно провести качественные рассуждения о возможности смены механизма обрыва мениска. Как было показано ранее, увеличение радиуса кривизны зонда в 1.5 раза приводит к уменьшению значения критической скорости смены механизма отрыва мениска в ~ 2 раза. Таким образом, в предположении обратной пропорциональности скорости отрыва кривизне зонда, можно предположить, что для 100 нм сферы критическая скорость составит около 2.5 см/с. Согласно выражению (3.61) скорость V_{off} в момент отрыва можно получить из системы:

$$\begin{cases} z(t) = d_{off} \\ |z'(t)| = V_{off}' \end{cases} \quad (6.18)$$

которая приводит к выводу, что для случая $A=10 \text{ нм}$, $d_{off} = 10 \text{ нм}$, $V_{off} = A\omega = 2 \text{ см/с}$. Таким образом, рассмотренная выше оценка формально остается верной, но в действительности, в силу того, что расчеты являются оценочными, даже в пренебрежении шероховатостью зонда и поверхности, процесс растяжения и отрыва мениска может оказаться отличным от случая, когда мениск представляет собой единое целое (не разбит на несколько столбиков), а значит формула (1.79) становится неверной, как и все следующие из нее соотношения и оценки.

6.3 Влияние вязкоупругих свойств образца на поведение зонда. Расчет и экспериментальная проверка.

Рассмотрим среды с $\nu = 1/2$, т.е. с бесконечным модулем всестороннего сжатия. Связь между напряжением и деформацией будем считать заданной выражением (1.112). Для определения функции релаксации $\phi(t)$ воспользуемся трехэлементной моделью стандартной линейной среды (рис. 1.26 В). Тогда согласно [9]:

$$\phi(t) = \frac{g_1}{g_1+g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{t(g_1+g_2)}{\eta}} \right). \quad (6.19)$$

Согласно формуле (1.114) при углублении в образец вида

$$h(t) = -z_0 + A \cos(\omega t), \quad (6.20)$$

для начального участка кривой подвода ($-z_0 < A < z_0$), зависимость силы от времени можно будет представить следующим образом:

$$F(t) = \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}}^{t*\text{Sign}[-t]} \frac{g_1}{g_1+g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{(t-t_1)(g_1+g_2)}{\eta}} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \sin(\omega t_1) \sqrt{-z_0 + A \cos(\omega t_1)} \right) dt_1. \quad (6.21)$$

Компоненты $F_s(F)$ и $F_c(F)$ (см. уравнения (3.63), (3.64)), относящиеся к изменению силы в рамках одного периода, можно записать как для растущей, так и для убывающей площади контакта:

$$F_s = \frac{\omega}{\pi} \int_{-\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}}^{\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}} \sin(\omega t) dt \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}}^{t*\text{Sign}[-t]} \frac{g_1}{g_1+g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{(t-t_1)(g_1+g_2)}{\eta}} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \sin(\omega t_1) \sqrt{-z_0 + A \cos(\omega t_1)} \right) dt_1, \quad (6.22)$$

$Fc =$

$$\frac{\omega}{\pi} \int_{\frac{\omega}{\omega}}^{\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}} \text{Cos}(\omega t) dt \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}}^{t * \text{Sign}[-t]} \frac{g_1}{g_1 + g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{(t-t_1)(g_1+g_2)}{\eta}} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \text{Sin}(\omega t_1) \sqrt{-z_0 + A \text{Cos}(\omega t_1)} \right) dt_1. \quad (6.23)$$

Сначала произведем вычисление компоненты Fs . Введем параметр ξ (см. (4.3)) а также обозначим

$$\zeta = \frac{g_1 + g_2}{\omega \eta}, \quad (6.24)$$

тогда равенство (6.23) можно переписать в виде

$$Fs = \frac{1}{\pi} \int_{-\text{ArcCos}[\xi]}^{\text{ArcCos}[\xi]} \text{Sin}(t) dt \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\text{ArcCos}[\alpha]}^{t * \text{Sign}[-t]} \frac{g_1}{g_1 + g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\zeta(t-t_1)} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \text{Sin}(t_1) \sqrt{-z_0 + A \sqrt{1 + \frac{2}{\xi-1} \text{Sin}^2\left(\frac{t_1}{2}\right)}} \right) dt_1. \quad (6.25)$$

Изменим порядок интегрирования, тогда данный интеграл можно представить в виде:

$$Fs = \frac{1}{\pi} \int_{-\text{ArcCos}[\xi]}^0 dt_1 \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{t_1}^{-t_1} \frac{g_1}{g_1 + g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\zeta(t-t_1)} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \text{Sin}(t_1) \sqrt{-z_0 + A \sqrt{1 + \frac{2}{\xi-1} \text{Sin}^2\left(\frac{t_1}{2}\right)}} \right) \text{Sin}(t) dt. \quad (6.26)$$

Представим данный интеграл в виде суммы двух слагаемых:

$$Fs_1 = I_{1s} + I_{2s}, \quad (6.27)$$

где

$$I_{1s} = \frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1 g_2}{g_1 + g_2} \int_{-\text{ArcCos}[\xi]}^0 dt_1 * \int_{t_1}^{-t_1} \left(-\frac{3}{2} A \text{Sin}(t_1) \sqrt{-z_0 + A \sqrt{1 + \frac{2}{\xi-1} \text{Sin}^2\left(\frac{t_1}{2}\right)}} \right) \text{Sin}(t) dt, \quad (6.28)$$

$$I_{2s} = -\frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1+g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0 + A} \int_{-\text{ArcCos}[\xi]}^0 dt_1 \int_{t_1}^{-t_1} e^{-\zeta(t-t_1)} * \left(\text{Sin}(t_1) \sqrt{1 + \frac{2}{\xi-1} \text{Sin}^2\left(\frac{t_1}{2}\right)} \right) \text{Sin}(t) dt. \quad (6.29)$$

Первое интегрирование по переменной t приведет к равенству

$$I_{1s} = 0, \quad (6.30)$$

и, соответственно,

$$I_{2s} = Fs, \quad (6.31)$$

$$Fs = -\frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1+g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0 + A} \int_{-\text{ArcCos}[\xi]}^0 dt_1 \int_{t_1}^{-t_1} e^{-\zeta(t-t_1)} * \left(\text{Sin}(t_1) \sqrt{1 + \frac{2}{\xi-1} \text{Sin}^2\left(\frac{t_1}{2}\right)} \right) \text{Sin}(t) dt \quad (6.32)$$

Второе интегрирование по переменной t приводит к следующему результату:

$$Fs_1 = -\frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1+g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0 + A} \int_{-\text{ArcCos}[\xi]}^0 dt_1 \sqrt{\frac{\xi - \text{Cos}(t_1)}{\xi - 1}} * \frac{\text{Sin}(t_1) \left(-(-1+e^{2t_1\zeta}) \text{Cos}(t_1) + (1+e^{2t_1\zeta}) \zeta \text{Sin}(t_1) \right)}{1+\zeta^2}. \quad (6.33)$$

Проведем замену переменной:

$$t_1 \rightarrow -\frac{(2\pi-t_2)\text{ArcCos}[\xi]}{2\pi}. \quad (6.34)$$

Тогда зависимость Fs принимает вид:

$$Fs = -\frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1+g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0 + A} \int_0^{2\pi} dt_2 \left(\text{ArcCos}[\xi] \sqrt{\frac{\xi - \text{Cos} \left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi}\right) \text{ArcCos}[\xi] \right]}{-1 + \xi}} * \text{Sin} \left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi}\right) \text{ArcCos}[\xi] \right] * \frac{1}{2\pi(1 + \zeta^2)} * \right.$$

$$\left(\left(-1 + e^{\frac{(-2\pi+t_2)\zeta \text{ArcCos}[\xi]}{\pi}} \right) \text{Cos} \left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi} \right) \text{ArcCos}[\xi] \right] + \right. \\ \left. \left(1 + e^{\frac{(-2\pi+t_2)\zeta \text{ArcCos}[\xi]}{\pi}} \right) \zeta \text{Sin} \left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi} \right) \text{ArcCos}[\xi] \right] \right) \quad (6.35)$$

Будем рассматривать начальный участок кривой подвода ($\xi \sim 1$), тогда заменяя подынтегральное выражение приближенным выражением, верным при $\xi \sim 1$, можно записать:

$$F_s = \\ -\frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1+g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0} + A \int_0^{2\pi} dt_2 \left(\frac{1}{\pi(1+\zeta^2)} \left(1 - \frac{t_2}{2\pi} \right) (1-\xi) * \left(\frac{\sqrt{t_2}(1+\xi)^{1/4}}{2^{1/4}\sqrt{\pi}} - \frac{t_2^{3/2}\xi}{4 \cdot 2^{3/4}\pi^{3/2}(1+\xi)^{1/4}} \right) * \right. \\ \left. \left(\left(-1 + e^{\frac{\sqrt{2}(-2\pi+t_2)\sqrt{1-\xi}\zeta}{\pi}} \right) \left(1 - \left(1 - \frac{t_2}{2\pi} \right)^2 (1-\xi) \right) + \left(1 + e^{\frac{\sqrt{2}(-2\pi+t_2)\sqrt{1-\xi}\zeta}{\pi}} \right) * \left(\sqrt{2} \left(1 - \frac{t_2}{2\pi} \right) \sqrt{1-\xi} - \right. \right. \right. \\ \left. \left. \left. \frac{1}{3} \sqrt{2} \left(1 - \frac{t_2}{2\pi} \right)^3 (1-\xi)^{3/2} \right) \zeta \right) \right) \quad (6.36)$$

Такой интеграл уже возможно вычислить аналитически, разложение соответствующего выражения в ряд при $\zeta \sim 0$ дает выражение:

$$F_{s1} = -\frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1+g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0} + A \frac{1024 \cdot 2^{1/4} (1-\xi)^{5/2} (-3\xi + 26\sqrt{2}\sqrt{1+\xi})\zeta}{135135(1+\xi)^{1/4}} + O[\zeta]^{3/2}. \quad (6.37)$$

Для начального участка кривой подвода имеет место приближенное равенство:

$$\xi \approx 1. \quad (6.38)$$

В таком случае

$$F_{s1} = -\frac{28672}{19305\pi} \sqrt{R} \frac{g_1^2}{g_1+g_2} A \sqrt{-z_0} + A (1-\xi)^{5/2} \zeta. \quad (6.39)$$

Теперь произведем вычисление компоненты F_s , заданной равенством (6.23). Аналогично предыдущим выкладкам представим данный интеграл в виде суммы:

$$Fc = I_{1c} + I_{2c}, \quad (6.40)$$

где

$$I_{1c} = \frac{\omega}{\pi} \int_{\frac{\omega}{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}}^{\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}} \text{Cos}(\omega t) dt \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}}^{t \text{ or } -t} \frac{g_1 g_2}{g_1 + g_2} * \left(-\frac{3}{2} A \omega \text{Sin}(\omega t_1) \sqrt{-z_0 + A \text{Cos}(\omega t_1)} \right) dt_1, \quad (6.41)$$

$$I_{2c} = -\frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1 + g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0 + A} \int_{-\text{ArcCos}[\xi]}^0 dt_1 \int_{t_1}^{-t_1} e^{-\zeta(t-t_1)} * \left(\text{Sin}(t_1) \sqrt{1 + \frac{2}{\xi-1} \text{Sin}^2\left(\frac{t_1}{2}\right)} \right) \text{Cos}(t) dt. \quad (6.42)$$

В данном случае в интеграле I_{1c} пределы интегрирования изменены не были - в этом нет необходимости:

$$I_{1c} = \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1 g_2}{g_1 + g_2} \frac{\omega}{\pi} \int_{\frac{\omega}{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}}^{\frac{\text{ArcCos}[\frac{z_0}{A}]}{\omega}} \text{Cos}(\omega t) dt \left(-z_0 + A \text{Cos}(\omega t) \right)^{3/2}. \quad (6.43)$$

Вычисление такого интеграла уже было проведено в разделе 4.2 и получается заменой $E^* \rightarrow 2 \frac{g_1 g_2}{g_1 + g_2}$ в уравнении (4.4), таким образом:

$$I_{1c} = \begin{cases} \frac{16\sqrt{2}}{15\pi} \frac{g_1 g_2}{g_1 + g_2} A \sqrt{Ar} \left(2(3 + \xi^2) E_{\text{elliptic}}\left(\frac{1-\xi}{2}\right) - (1 + \xi)(3 + \xi) K_{\text{elliptic}}\left(\frac{1-\xi}{2}\right) \right) & |\xi| < 1 \\ \frac{32\sqrt{-1-\xi}}{15\pi} \frac{g_1 g_2}{g_1 + g_2} A \sqrt{Ar} \left((3 + \xi^2) E_{\text{elliptic}}\left(\frac{2}{1+\xi}\right) + (1 - \xi)\xi K_{\text{elliptic}}\left(\frac{2}{1+\xi}\right) \right) - \xi > 1 \end{cases}, \quad (6.44)$$

$$I_{1c} = \begin{cases} 2 \frac{g_1 g_2}{g_1 + g_2} \frac{(1-\xi)^2}{\sqrt{2}} A \sqrt{Ar} \left(1 - \frac{1-\xi}{8} \right) & \xi \approx 1 \\ 4 \frac{g_1 g_2}{g_1 + g_2} A \sqrt{r} \sqrt{-z_0} \left(1 - \frac{1}{32\xi^2} \right) & -\xi \gg 1 \end{cases}. \quad (6.45)$$

Вычисление компоненты I_{2c} приводит к выражению вида:

$$I_{2c} = -\frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1 + g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0 + A} \int_{-\text{ArcCos}[\xi]}^0 dt_1 \sqrt{\frac{\xi - \text{Cos}(t_1)}{-1 + \xi}} \text{Sin}(t_1) * \frac{\left((-1 + e^{2t_1 \zeta}) \zeta \text{Cos}(t_1) + (1 + e^{2t_1 \zeta}) \text{Sin}(t_1) \right)}{1 + \zeta^2}. \quad (6.46)$$

Проводя замену переменной согласно (6.34) получаем следующее равенство:

$$I_{2c} = -\frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1+g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0 + A} \int_0^{2\pi} dt_2 \frac{1}{2\pi(1+\zeta^2)} \text{ArcCos}[\xi] * \sqrt{\frac{\xi - \text{Cos}\left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi}\right) \text{ArcCos}[\xi]\right]}{-1+\alpha}} * \text{Sin}\left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi}\right) \text{ArcCos}[\xi]\right] * \left(\left(-1 + e^{\frac{(-2\pi+t_2)\zeta \text{ArcCos}[\xi]}{\pi}}\right) \zeta * \text{Cos}\left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi}\right) \text{ArcCos}[\xi]\right] - \left(1 + e^{\frac{(-2\pi+t_2)\zeta \text{ArcCos}[\xi]}{\pi}}\right) \text{Sin}\left[\left(1 - \frac{t_2}{2\pi}\right) \text{ArcCos}[\xi]\right]\right). \quad (6.47)$$

Снова будем рассматривать начальный участок кривой подвода ($\xi \sim 1$), тогда заменяя подынтегральное выражение приближенным выражением, верным при $\xi \sim 1$, можно записать:

$$I_{2c} = -\frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1+g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0 + A} \int_0^{2\pi} dt_2 \frac{1}{\pi(1+\zeta^2)} \left(1 - \frac{t_2}{2\pi}\right) * (1 - \xi) \left(-\frac{t_2^{3/2} \xi}{4 \cdot 2^{3/4} \pi^{3/2} (1+\xi)^{1/4}} + \frac{\sqrt{t_2} (1+\xi)^{1/4}}{2^{1/4} \sqrt{\pi}}\right) * \left(-\sqrt{2} \left(1 - \frac{t_2}{2\pi}\right) \sqrt{1-\xi} - \left(1 - \left(1 - \frac{t_2}{2\pi}\right)^2 (1-\xi)\right) \zeta + e^{\frac{\sqrt{2}(2\pi-t_2)\sqrt{1-\xi}\zeta}{\pi}} \left(-\sqrt{2} \left(1 - \frac{t_2}{2\pi}\right) \sqrt{1-\xi} + \zeta\right)\right). \quad (6.48)$$

Такой интеграл вычисляется аналитически, разложение соответствующего выражения в ряд при $\xi \sim 1$ дает выражение:

$$I_{2c} = \frac{1}{\pi} \frac{8\sqrt{R}}{3} \frac{g_1^2}{g_1+g_2} \frac{3}{2} A \sqrt{-z_0 + A} \frac{352}{315} (1 - \xi)^{3/2}. \quad (6.49)$$

Разложение выражения (6.48) в ряд по ζ в окрестности 0, а затем в ряд по ξ в окрестности $\xi = 1$ дает такой же результат. Таким образом, для начального участка кривой подвода можно записать:

$$F_{c1} = A\sqrt{AR} (1 - \xi)^2 \frac{g_1}{g_1+g_2} \left(\frac{1408}{315\pi} g_1 + \sqrt{2} g_2\right). \quad (6.50)$$

Теперь рассмотрим случай достаточно больших углублений ($-z_0 \gg A$ или $\xi \ll -1$):

$$F(t) = \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\frac{\pi}{\omega}}^{t * \text{Sign}[-t]} \frac{g_1}{g_1+g_2} \left(g_2 + g_1 e^{\frac{-(t-t_1)(g_1+g_2)}{\eta}}\right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \text{Sin}(\omega t_1) \sqrt{-z_0}\right) dt_1. \quad (6.51)$$

В таком случае, с учетом слагаемых первого порядка малости по параметру $1/\xi = z_0/A$ для компоненты F_s и с учетом лишь нулевого порядка малости по тому же параметру для компоненты F_c , равенства для F_s и F_c приобретают вид:

$$F_s = \frac{\omega}{\pi} \int_{-\frac{\pi}{\omega}}^{\frac{\pi}{\omega}} \text{Sin}(\omega t) dt \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\frac{\pi}{\omega}}^{t * \text{Sign}[-t]} \frac{g_1}{g_1 + g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{(t-t_1)(g_1+g_2)}{\eta}} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \text{Sin}(\omega t_1) \sqrt{-z_0} \left(1 - \frac{A}{2z_0} \text{Cos}(\omega t_1) \right) \right) dt_1, \quad (6.52)$$

$$F_c = \frac{\omega}{\pi} \int_{-\frac{\pi}{\omega}}^{\frac{\pi}{\omega}} \text{Cos}(\omega t) dt \frac{8\sqrt{R}}{3} \int_{-\frac{\pi}{\omega}}^{t * \text{Sign}[-t]} \frac{g_1}{g_1 + g_2} \left(g_2 + g_1 e^{-\frac{(t-t_1)(g_1+g_2)}{\eta}} \right) * \left(-\frac{3}{2} A \omega \text{Sin}(\omega t_1) \sqrt{-z_0} \right) dt_1. \quad (6.53)$$

Такие интегралы можно взять аналитически; с учетом введённых обозначений (6.24) (4.3) они принимают вид:

$$F_s = -\frac{2Ae^{-2\pi\zeta} g_1^2 \sqrt{-rz_0}}{3(g_1+g_2)\alpha(1+\zeta^2)^2(9+40\zeta^2+16\zeta^4)} \left(e^{2\pi\zeta} \left((1+\beta^2)(9+56\zeta^2+32\zeta^4) + 3\xi(9+40\zeta^2+16\zeta^4)(1+\pi(\beta+\zeta^3)) \right) - 3(3+9\xi+(11+40\xi)\zeta^2+8(1+2\xi)\zeta^4) \right), \quad (6.54)$$

$$F_c = Ag_1 \sqrt{r(-z_0)} \frac{4g_2\pi\zeta(1+\zeta^2)^2 + g_1(e^{-2\pi\zeta}(-1+\zeta^2)+1-\zeta^2+2\pi(\zeta+\zeta^3))}{\pi(g_1+g_2)\beta(1+\zeta^2)^2}. \quad (6.55)$$

Учет слагаемых лишь нулевого порядка малости по параметру $1/\alpha$ приводит к выражению для F_s вида:

$$F_s = -\frac{2}{\pi} A e^{-2\pi\zeta} g_1^2 \sqrt{r(-z_0)} \frac{(-1+e^{2\pi\zeta}(1+\pi(\zeta+\zeta^3)))}{(g_1+g_2)(1+\zeta^2)^2}. \quad (6.56)$$

Зависимость полученных выражений от углубления z_0 , а также результаты численного интегрирования выражений (6.22) и (6.23) представлены на рисунках 6.6, 6.7. Константы жёсткости g_1 , g_2 и коэффициент демпфирования η были выбраны равными $5.7 \cdot 10^7$ Н/м², $2.1 \cdot 10^8$ Н/м² и $8.6 \cdot 10^9$ Н/м²·с соответственно, согласно данным [115], представленным для резины; амплитуда колебаний была выбрана равной 100 нм.

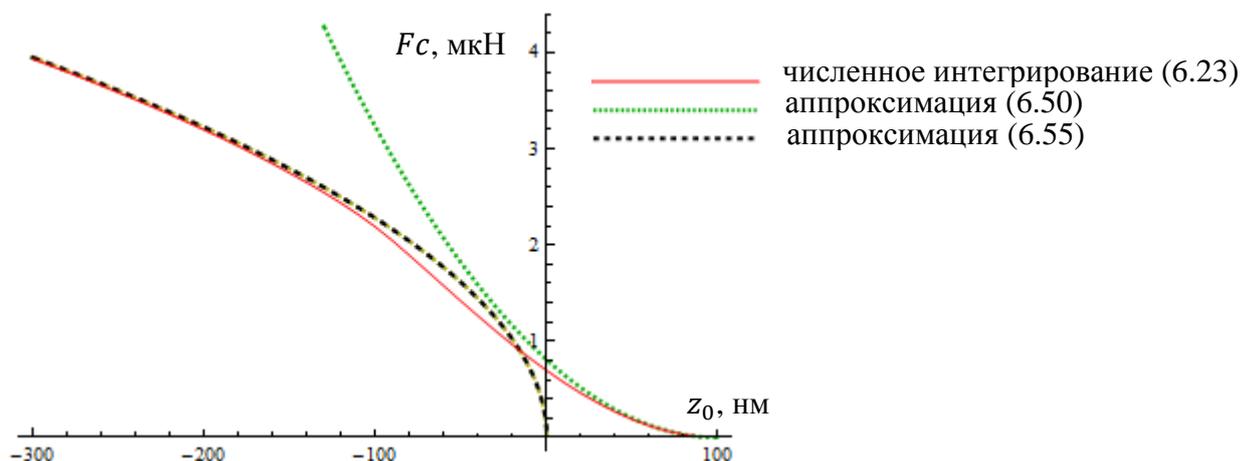


Рисунок 6.6 – Зависимость значения компоненты F_{c1} от углубления z_0 для вязкоупругих сред.

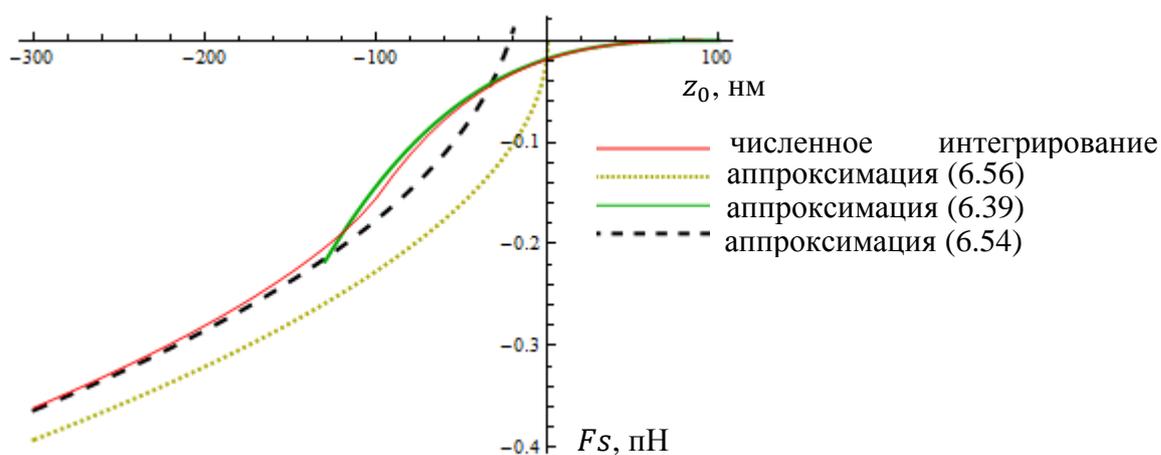


Рисунок 6.7 – Зависимость значения компоненты F_s от углубления z_0 для вязкоупругих сред.

С учетом произведенных в пункте 3.5 вычислений (см. формулу (3.84), а также (3.74)) в рассматриваемом случае ($F_s \sim 0.1$ пН при $z_0 = -100$ нм) относительное изменение 100 нанометровой амплитуды составляет $\sim 10^{-10}$. Аналогично для случая 10 нм амплитуды ($F_s \sim 0.005$ пН при $z_0 = -10$ нм) относительное изменение амплитуды составляет $\sim 1.6 \cdot 10^{-9}$. Таким образом, потери, обусловленные вязкоупругими свойствами резины являются крайне незначительными.

Экспериментальная проверка этого факта была проведена с использованием прибора «НаноСкан» 4D, в состав которого входит модуль для инструментального индентирования. Он конструктивно аналогичен прибору G200 (см. раздел 2.1 и рис. 2.1) и содержит емкостной датчик перемещения и электромагнитный модуль нагружения. Резонансная частота системы

подвеса индентора в свободном состоянии 78 Гц, добротность 26. В качестве примера резиноподобного, чисто упругого материала был использован образец из застывшего силиконового герметика. Для контроля его вязкоупругих свойств алмазный индентор был приведен с ним в контакт и при нескольких значениях силы прижима (вплоть до величины порядка одного ньютона) были измерены АЧХ системы индентор + образец. Полученные кривые представлены на рисунке 6.8. Хорошо видно что при увеличении площади контакта индентора с материалом происходит сдвиг резонансной частоты и уменьшение величины отклика системы на фиксированную силу, изменяющуюся по гармоническому закону (рис. 6.8а). При этом добротность системы не претерпела значительных изменений и осталась практически той же, что и в свободном положении индентора, это хорошо видно из нормированных графиков АЧХ представленных на рис 6.8 б).

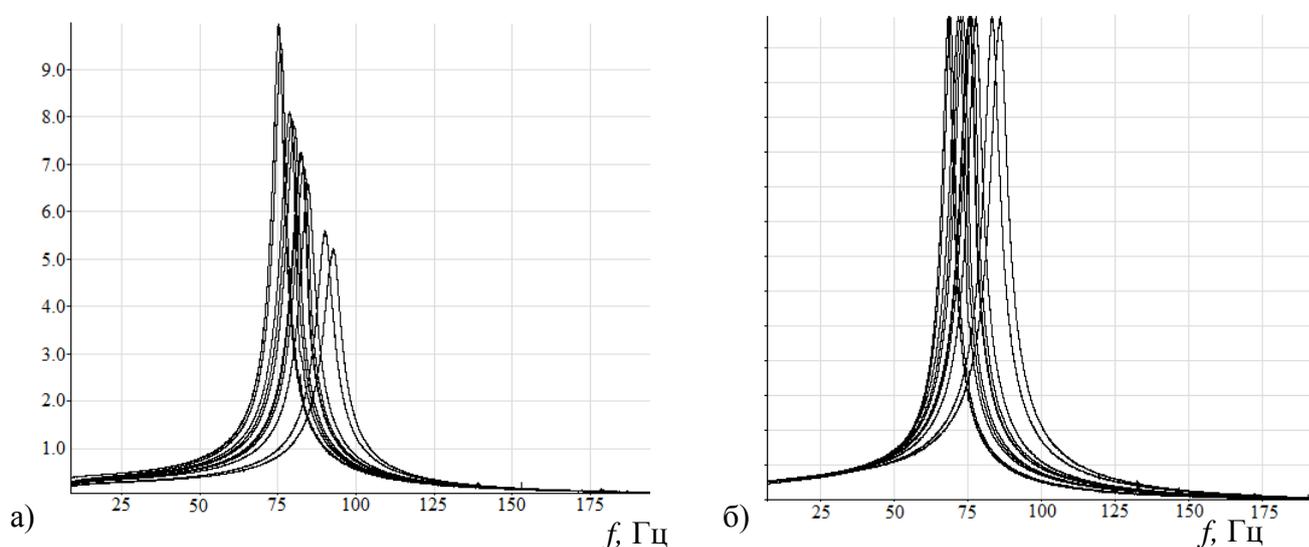


Рисунок 6.8 – Зависимость отклика от частоты при различных уровнях прижима а) исходные данные, б) отнормированные АЧХ

6.4 Оценка потерь, обусловленных пластической деформацией образца

Потери, обусловленные пластической деформацией можно оценить, исходя из уравнений, описанных в разделе 1.4. Согласно соотношению (1.75) сила F , оставляющая пластический отпечаток глубиной h связана с твердостью H соотношением $F = H \cdot A(h)$, где $A(h)$ - функция формы индентора, для пирамиды Берковича имеет место равенство: $A(h) = 24.5 h^2$. Работа такой силы при нагружении до глубины h :

$$W_{diss} = \int_0^h h' \cdot F(h') dh' = 8.17 H h^3. \quad (6.57)$$

Согласно данным раздела 3.5 для гашения колебаний 100 нм амплитуды необходима энергия порядка 60 пДж. В соответствии с формулой (6.57) в случае плавленого кварца ($H = 9.5$ ГПа) для полного гашения колебаний потребуется погружение на глубину $h \sim 90$ нм, в случае полиметилметакрилата ($H \sim 0.3$ ГПа) – на глубину $h \sim 290$ нм. Естественно, в случае медленной развертки при амплитуде колебаний в 100 нм за один период колебаний зонд не может углубиться на 300 нм, однако в случае плавленого кварца и более твердых материалов данная оценка показывает, что по порядку величины работа сил пластической деформации сравнима с энергией необходимой для полного гашения колебаний.

Тем не менее, следует отметить одно важное для данного рассмотрения обстоятельство: как было указано в разделе 4.4, при заданном углублении следует ожидать, что пластическая деформация происходит только один раз, а все последующие нагружения являются упругими, и, естественно не вносят потерь в систему.

Таким образом, несмотря на то, что работа сил пластической деформации может быть существенной и приводить к гашению амплитуды, при заданном положении зонда Z_0 демпфирование носит кратковременный эффект: после того как игла углубилась на заданную глубину можно ожидать, что все повторные деформации будут упругими, а значит в рамках рассматриваемой модели, и диссипация энергии возвращается к нулевому значению.

Во время осуществления сканирования область контакта алмазного острия с поверхностью все время изменяется, а это значит, что каждый следующий удар зонда о поверхность происходит в новой точке. При частоте резонансных колебаний 10 кГц и скорости сканирования 10 мкм/с расстояние между точками последовательного касания оказывается 1 нм, что существенно меньше размера области контакта кончика алмазного острия с поверхностью (в зависимости от свойств материала и режима сканирования размер области контакта обычно находится в диапазоне (10-100) нм). В таком случае грубой оценкой потерь за период во время сканирования может быть величина в 10-100 раз меньшая указанной выше (6.57). Таким образом, вклад пластической деформации может быть вполне существенным и приводить к реальному падению амплитуды колебаний зонда, что можно использовать для картографирования механических свойств во время сканирования.

6.5 Падение амплитуды из-за наличия полосно-пропускающего фильтра в тракте возбуждения автоколебаний. Результаты модельных экспериментов.

Как было показано ранее, пьезокерамический зонд камертонной конструкции имеет несколько резонансов и при включении его в тракт автогенератора возможно возбуждение любой из мод колебаний. Одним из путей селекции мод является правильная фазировка сигнала положительной обратной связи. Поляризация пьезокерамических пластин образующих биморфный элемент и полярность сигнала обратной связи выбираются так, что бы усики камертона колебались в разные стороны (3-я мода колебаний камертона). Вторым способом, помогающим ограничить колебания нужной модой, является использование в тракте возбуждения полосно-пропускающего фильтра, исключающего возможность запуска автогенерации на нерабочих модах.

В приборах семейства «НаноСкан» используются активные полосно-пропускающие фильтры второго порядка с регулируемой рабочей частотой и добротностью. При настройке тракта автогенерации ПО снимает зависимость амплитуды автоколебаний от частоты настройки этого фильтра и, ориентируясь на соответствующую АЧХ, происходит выбор рабочего значения частоты настройки активного фильтра. Пример такой АЧХ представлен на рисунке 6.9.

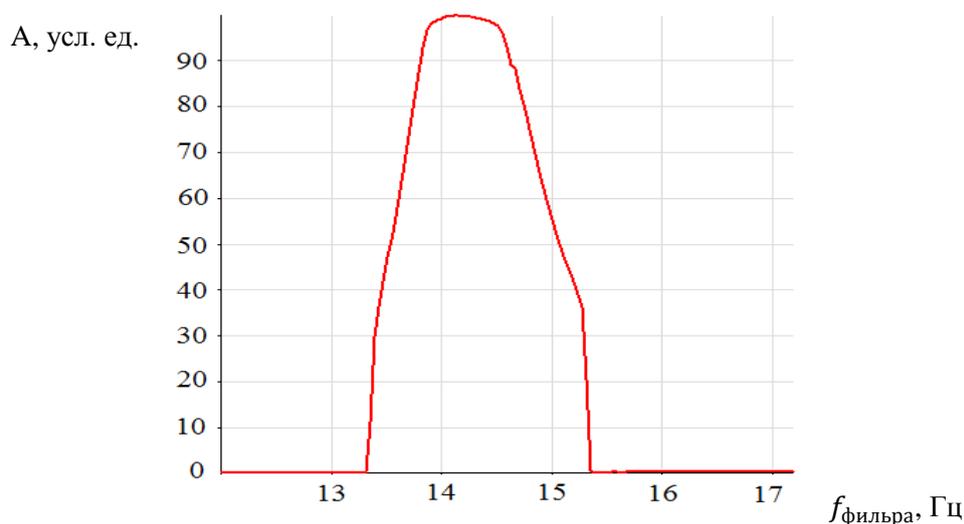


Рисунок 6.9 – Зависимость амплитуды колебаний зонда от частоты настройки фильтра в тракте автогенерации.

Отличие данной кривой от типичного для колебательной системы лоренцовского вида обусловлено не только тем фактом, что данная кривая не является АЧХ камертонного зонда, а характеризуют уровень возбуждения как функцию расстройки. При этом частота установившихся колебаний отнюдь не соответствует значению, указанному по оси абсцисс. Плоская вершина получаемой АЧХ обусловлена эффективной работой амплитудного ограничителя, входящего в тракт возбуждения автоколебаний. Естественно, что наличие высокочастотного фильтра в тракте возбуждения может приводить к определенному искажению зависимости амплитуды и частоты как функций углубления получаемых методом кривых подвода или наноиндентирования. Типичные кривые нагрузки-разгрузки для трех материалов приведены на рисунке 6.10. Из полученных зависимостей хорошо видно, что для материалов с высокими значениями твердости и модуля упругости на кривых подвода есть довольно большой участок, на котором амплитуда остается практически неизменной. Естественно, что на таких материалах, обладающих достаточно малой величиной вносимых областью контакта потерь, влияние полосно-пропускающего фильтра может быть вполне существенно. Для менее твердых материалов типа ПММА, где потери как функция глубины растут быстрее, а привнесенная жесткость медленнее, чем на плавленом кварце, вид кривых подвода более точно отражает их вязкоупругие и пластические свойства.

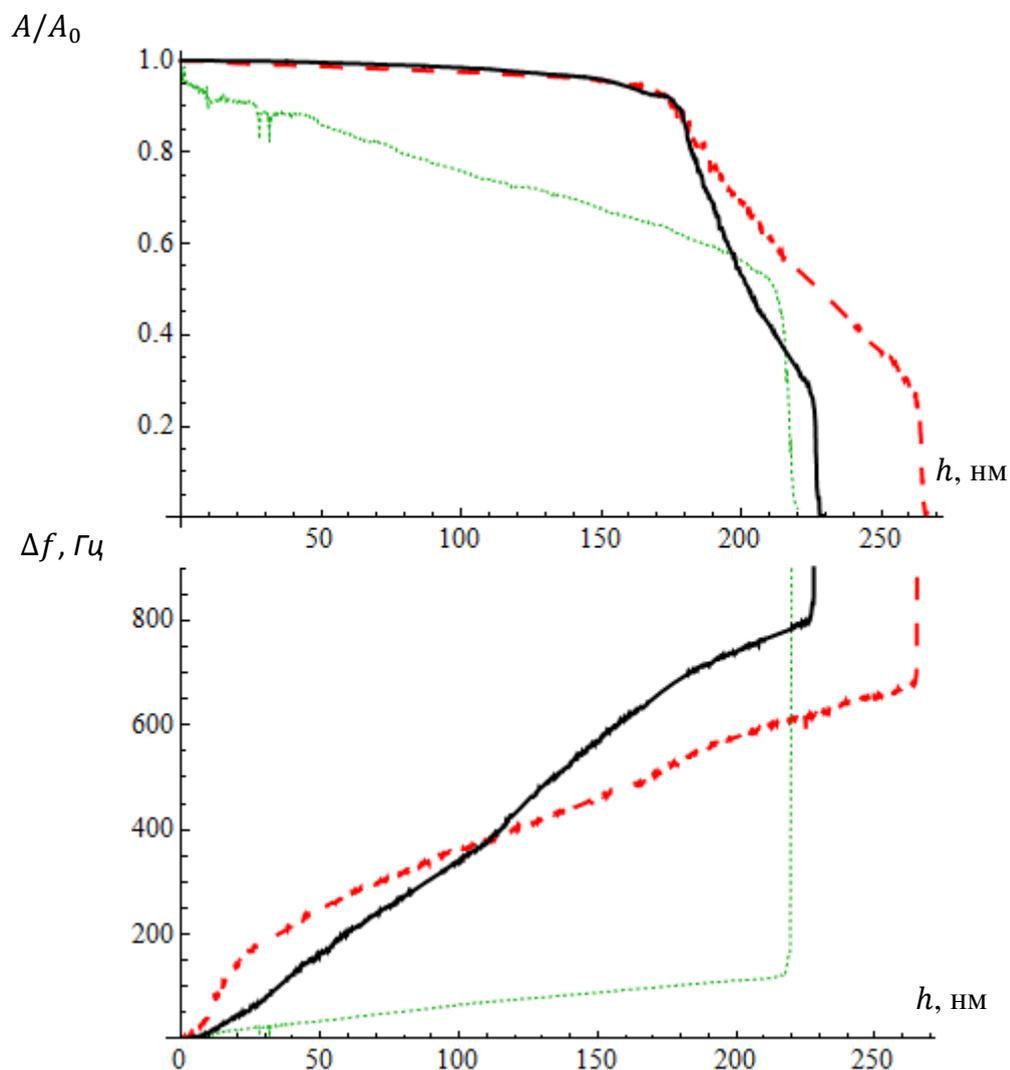


Рисунок 6.10 – Зависимости относительного изменения амплитуды A/A_0 и сдвига резонансной частоты колебаний Δf , полученные при внедрении в образец плавленого кварца (красная штрихованная линия), дюралюминия (черная сплошная линия) и поликарбоната (зеленая пунктирная линия).

Для более наглядного представления о процессах, происходящих на начальных участках индентов с включенным автогенератором на рисунке 6.11 представлены зависимости от времени амплитуды и частоты, и усредненного за период значения контактной силы. Кривые получены при трех различных добротностях фильтра, при внедрении в материал плавленого кварца; из рисунка видна зависимость: чем выше добротность, тем короче оказывается кривая подвода.

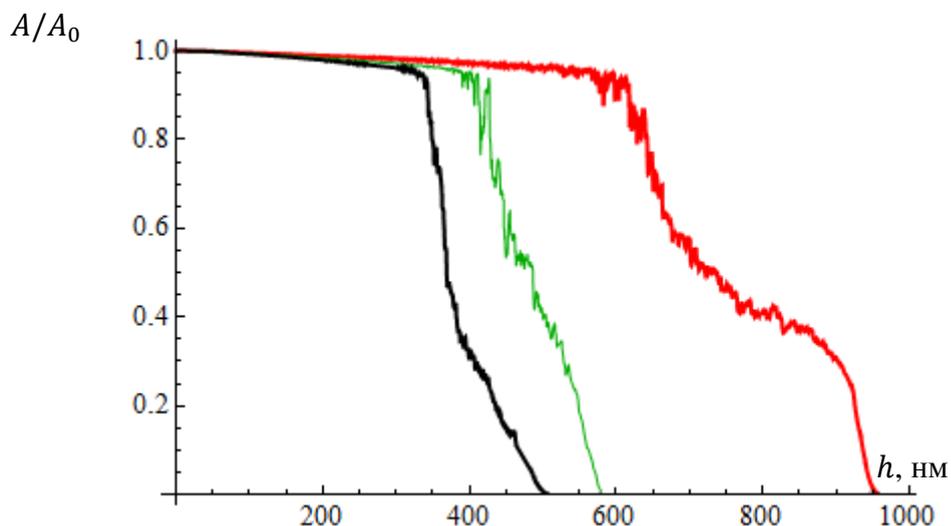


Рисунок 6.11 – Изменение амплитуды, частоты колебаний и приложенной силы при трех различных добротностях фильтра (номинальные значения добротностей: 20, 30, 40)

Обнаруженная зависимость вида кривых подвода от уровня возбуждения в тракте автогенерации (запаса по усилению автогенератора) и добротности полосового фильтра была исследована в специальном режиме, когда зонд прижимался к поверхности с фиксированной силой и в этом положении у него снимается зависимость уровня возбуждения от частоты, так называемая сквозная АЧХ. Результаты такого рода измерений при максимальном уровне усиления в тракте автогенерации представлены на рисунке 6.12. Из полученных данных видно, что при максимальном усилении в тракте зависимость максимальной амплитуды от уровня прижима минимальна, хотя сдвиг резонансной частоты достаточно существенен, а изменение добротности тракта из-за контактных потерь маскируется ограничением сигнала в тракте автогенератора.

А, условные
единицы

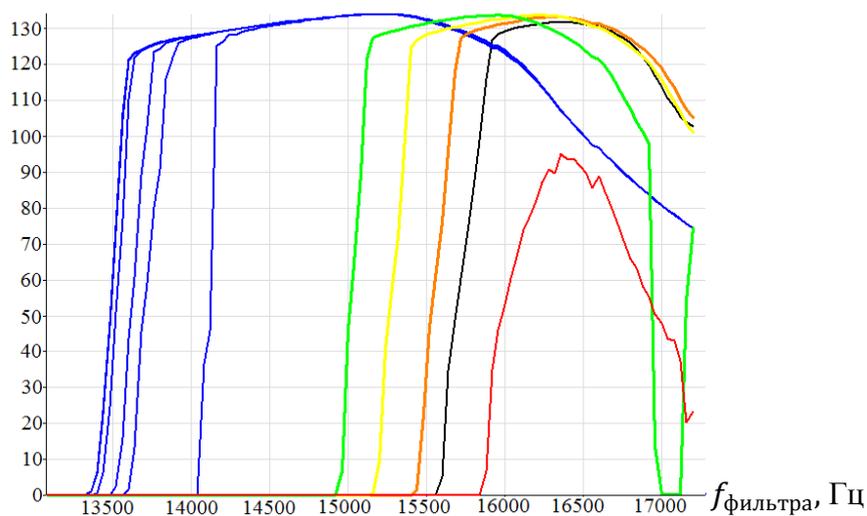


Рисунок 6.12 – Зависимости амплитуды от частоты настройки фильтра в тракте автогенерации в воздухе с различными силами прижима до величины порядка 17 мкН при максимально высокой степени возбуждения в тракте.

Для явной демонстрации влияния уровня прижима острия индентора к поверхности была снята серия сквозных АЧХ при минимальном уровне возбуждения в тракте автогенератора (рисунок 6.13). Как хорошо видно из представленных данных, при низком уровне возбуждения автогенератора зависимость амплитуды от уровня прижима становится гораздо более существенной и возникает тогда, когда еще нет обнаружимого сдвига резонансной частоты. Из полученных данных трудно сделать количественный вывод о том, насколько упала добротность при данных уровнях прижима зонда к поверхности, однозначно можно констатировать, что пьезорезонансный зонд при низких уровнях возбуждения позволяет определять наличие поверхности по амплитудному каналу при таких уровнях прижима, когда сдвиг резонансной частоты еще не регистрируется частотным детектором и контакт колеблющегося острия с поверхностью еще не приобрел упругий характер. Таким образом, полученные экспериментальные данные подтверждают наличие диссипативных процессов в области контакта острия с поверхностью.

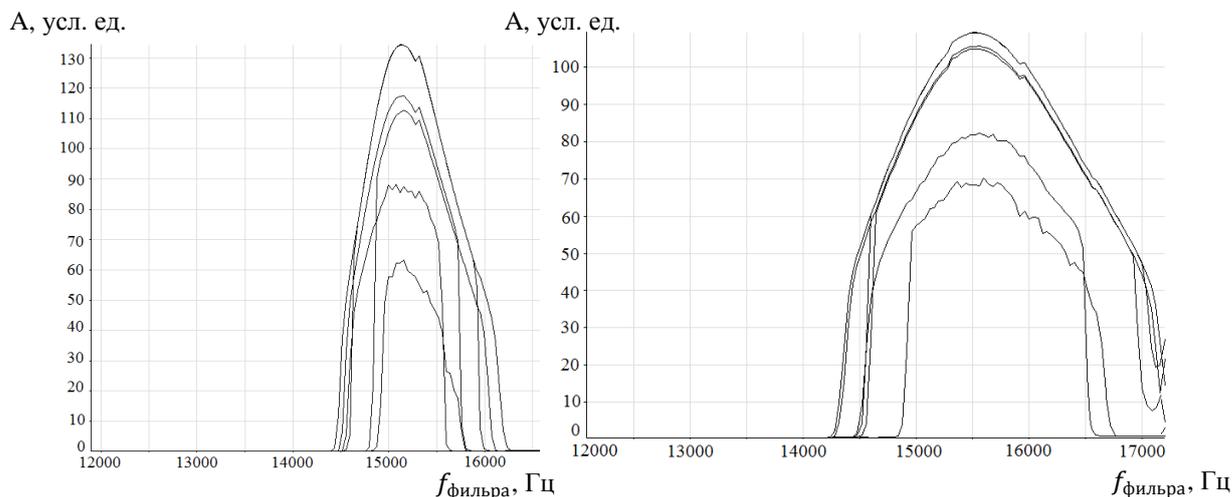


Рисунок 6.13 – Зависимости амплитуды от частоты настройки фильтра в тракте автогенерации, снятые в воздухе при увеличивающейся силе прижима при слабой степени возбуждения в автогенераторном тракте и следующих добротностях а) $Q=30$, б) $Q=20$.

Таким образом, из четырех рассмотренных физических механизмов механических потерь в области контакта – вязкого трения, капиллярных сил, вязкоупругих свойств материала и пластической деформации материала наиболее значимыми для гашения колебаний пьезорезонансного зонда, используемого в приборах «НаноСкан», являются вязкие потери в слое приповерхностной жидкости, вязкоупругие свойства и пластическая деформация исследуемого материала. При этом вязкоупругие свойства большинства твердых и эластичных материалов, как правило, вносят пренебрежимо малый вклад в изменение добротности колебательной системы зонд + область контакта острия с поверхностью.

Из всех рассмотренных физических механизмов диссипации энергии, приводящих к гашению колебаний пьезорезонансных зондов, используемых в приборах «НаноСкан», наиболее значительными являются вязкие потери (при наличии жидкости) и пластическая деформация в области контакта. Получены аналитические выражения, позволяющие оценить вклад данных механизмов в уменьшение добротности зонда.

Пятым фактором, влияющим на амплитуду колебаний зонда, является наличие в тракте автогенератора полосно-пропускающего фильтра, уменьшающего петлевое усиление тракта при росте резонансной частоты зонда во время его контакта с поверхностью. В ряде ситуаций влияние данного фактора может быть доминирующим, особенно при сильном возбуждении автогенератора. Для существующих приборов способом уменьшения данного влияния может быть рекомендация использовать минимально возможное значение добротности ППФ в тракте автогенерации. Для будущих разработок можно рекомендовать использование альтернативных схем возбуждения резонансных колебаний на основе цифровых сигнальных процессоров.

Наблюдаемые экспериментально механические потери в области контакта осциллирующего острия с поверхностью на данный момент не используются в измерительных методиках для определения свойств вязких слоев жидкости и пластических свойств материалов. Разработка таких методик – дело будущих исследований. На данном этапе работ при определении модуля упругости и твердости исследуемого материала изменение амплитуды учитывается при обработке экспериментальных данных, что возможно благодаря непрерывному контролю амплитуды колебаний с помощью амплитудного детектора, входящего в состав схемы электронного обеспечения автоколебаний.

Глава 7 Построение карт механических свойств поверхности во время сканирования

Полученные в предыдущих главах результаты демонстрируют широкие метрологические возможности пьезорезонансного зонда с автогенераторным режимом возбуждения колебаний. При этом возможность измерения комплекса характеристик материала методом кривых подвода или путем наноиндентирования широко используется практически во всех приборах, осуществляющих инструментальное индентирование. При этом задача получения количественных данных в ходе картографирования исследуемой поверхности методом сканирования остается на сегодня достаточно актуальной, поскольку получение карты свойств путем множественного индентирования поверхности достаточно трудоемкая процедура. Теоретическое обоснование возможности картографирования модуля упругости и приведенной твердости в ходе сканирования и экспериментальное подтверждение технической реализуемости такого рода измерений представлено в данной главе диссертационной работы.

7.1 Оценка сдвига резонансной частоты, при которой происходит пластическая деформация поверхности

Произведем оценку сдвига резонансной частоты, при которой начинается пластическое течение поверхности. В данном случае предполагается, что соответствующая деформация является малой и для описания взаимодействия достаточно описать только самый кончик иглы зонда. В таком случае асимптотическое поведение формы зонда неважно, соответственно в данном случае используем приближение формы кончика параболоидом вращения, так для данного случая основные уравнения, описывающие упругую деформацию, в достаточной степени изучены и обладают достаточной простотой.

Согласно разделу 1.2 максимально оценить предельную нагрузку, приводящую к пластической деформации, можно с использованием формулы (1.18). Учитывая определения (1.19) - (1.20), из зависимости (1.18) следует:

$$-\left(1 + \frac{z^2}{a^2}\right)^{-1} + (1 + \nu) \left(1 - \frac{z}{a} \tan^{-1} \frac{a}{z}\right) - \frac{1}{2} \left(1 + \frac{z^2}{a^2}\right)^{-1} = Y. \quad (7.1)$$

Как видно из рисунка 1.1 б пластическая деформация начинается в точке, расположенной под поверхностью контактирующих тел. Точка начала пластической деформации z_{yield}

определяется путем нахождения максимума левой части выражения (7.1). Соответствующие численные значения отношения z_{yield}/a в зависимости от коэффициента Пуассона ν представлены на рисунке 7.1 сплошной линией; пунктирной линией изображена аппроксимирующая зависимость $z/a = -0.382 - 0.331\nu$.

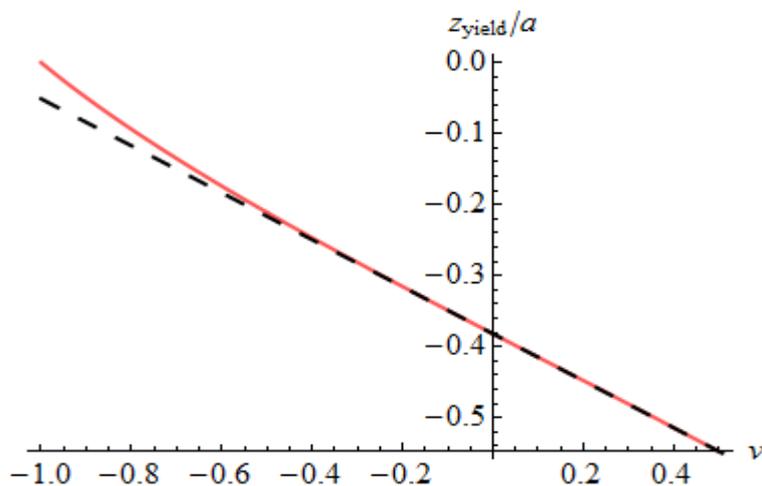


Рисунок 7.1 – Зависимость нормированной координаты начала пластической деформации от коэффициента Пуассона (сплошная линия – экспериментальные данные, пунктирная линия – аппроксимирующая зависимость).

На основании полученного решения можно также получить зависимость максимально допустимого давления на поверхность p_0 от коэффициента Пуассона. Соответствующий график для нормированной величины p_0/Y приведен на рисунке 7.2. Численная зависимость хорошо аппроксимируется полиномом:

$$\frac{p_0}{Y} = 0.313 \cdot \nu^2 + 0.936 \cdot \nu + 1.308. \quad (7.2)$$

Соответствующая зависимость представлена пунктирной линией.

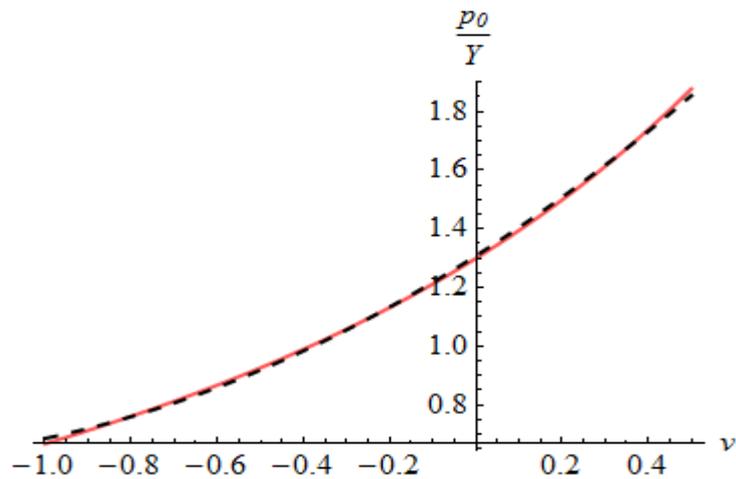


Рисунок 7.2 – Зависимость нормированного максимально допустимого давления p_0/Y от коэффициента Пуассона (сплошная линия – экспериментальные данные, пунктирная линия – аппроксимирующая зависимость).

На основании определения p_0 , а также уравнения (4.1) можно получить значение углубления h при заданном p_0 :

$$h = R \frac{\pi^2 p_0^2}{4 E^{*2}}. \quad (7.3)$$

В случае, когда p_0 определяется из условия достижения пластической деформации (7.10), зависимость (7.3) принимает вид:

$$h = R \frac{\pi^2 Y^2}{4 E^{*2}} (0.313 \cdot \nu^2 + 0.936 \cdot \nu + 1.308)^2. \quad (7.4)$$

В случае, когда зонд совершает гармонические колебания согласно уравнению (3.61), максимальное углубление за период, при котором и следует ожидать наибольшей деформации, составляет $h = z_0 - A$. Но тогда, в предположении, что пластическая деформация происходит на начальном участке полуконтактного режима (т.е. при $z_0 \lesssim A$ или в рамках введенных в пункте 4.2 обозначения при $\xi \approx 1$), а также считая $\Delta f \ll f_0$ и пренебрегая слагаемыми высшего порядка малости, из уравнения (4.6), следует:

$$\frac{\Delta f}{f_0} = \frac{h^2 E^* \sqrt{R}}{2\sqrt{2} k_0 A^{3/2}}. \quad (7.5)$$

Из уравнений (7.4) и (7.5) можно написать неравенство, ограничивающее максимальный сдвиг резонансной частоты для работы в чисто упругом режиме:

$$\frac{\Delta f}{f_0} < \frac{\pi^4}{32\sqrt{2}} \frac{R^{5/2}}{k_0 A^{3/2}} \frac{Y^4}{E^{*3}} (0.313 \cdot v^2 + 0.936 \cdot v + 1.308)^4. \quad (7.6)$$

Данное уравнение можно переписать, заменив предел текучести Y на твердость H . Естественно, что это будет сделано приближенно. Достаточно хорошим приближением, связывающим предел текучести является соотношение $H \approx 3Y$ [116,117]. В таком случае неравенство (7.6) принимает вид:

$$\frac{\Delta f}{f_0} < \frac{\pi^4}{32\sqrt{2}} \frac{R^{\frac{5}{2}}}{k_0 A^{\frac{3}{2}}} \frac{H^4}{E^{*3}} \left(\frac{0.313 \cdot v^2 + 0.936 \cdot v + 1.308}{3} \right)^3. \quad (7.7)$$

С другой стороны, для оценки сдвига резонансной частоты, приводящей к пластической деформации, можно следовать несколько другому подходу, который был опубликован в работе [79]. В рамках данного рассмотрения предполагается, что пластическая деформация является существенной тогда, когда она уже достигла поверхности материала и существует непосредственно в точке контакта с индентором. В таком случае, можно считать, что максимальное давление на поверхности материала p_0 превышает его твердость H . Таким образом, считая, что в граничном случае $p_0 = H$, а также используя (7.3) и (7.5) можно получить оценку:

$$\frac{\Delta f}{f_0} < \frac{\pi^4}{32\sqrt{2}} \frac{R^{\frac{5}{2}}}{k_0 A^{\frac{3}{2}}} \frac{H^4}{E^{*3}}. \quad (7.8)$$

Как видно из сравнения формул (7.7) и (7.8) зависимость (7.7) задает гораздо более жесткое требование к допустимому сдвигу резонансной частоты: так, например, для материалов с $v = 0.3$ соответствующее ограничение (7.7) в 6.4 раза меньше чем ограничение, задаваемое зависимостью (7.8).

Тем не менее, несмотря на то, что два описанных выше подхода основаны на двух различных ограничениях: зарождение пластической деформации или ее выход на поверхность, оба подхода показывают принципиально важный факт: для неразрушающего сканирования поверхности при минимально возможном сдвиге резонансной частоты следует также устанавливать минимальную амплитуду колебаний зонда. Кроме того, как следует из обоих соотношений ((7.7) и (7.8)) для определенного материала и зонда с заданными характеристиками, параметры, которые можно менять во время сканирования, связаны соотношением: $A^{3/2} \Delta f < const$. Таким образом, при прочих равных, с точки зрения неразрушающего сканирования относительное уменьшение амплитуды колебаний является

более выгодным относительно уменьшения, поддерживаемого при сканировании сдвига резонансной частоты.

С использованием полученных формул, а также типичных значений параметров можно провести оценки допустимого сдвига резонансной частоты. Учитывая, что материалом иглы индентора является алмаз, для материала плавленного кварца можно принять $E^* = 70$ ГПа. Также используем следующие значения: твердость плавленного кварца: $H = 9.5$ ГПа, жесткость зонда (см. например раздел 4.3) $k_0 = 3.5 \cdot 10^5$ Н/м, $A = 10$ нм. Также для достаточно новых инденторов, исходя из данных раздела 4.1, примем $R \approx 100$ нм. В таком случае, согласно например формуле (7.8) оценка приводит к неравенству:

$$\frac{\Delta f}{f_0} < 0.5 \cdot 10^{-3}. \quad (7.9)$$

Таким образом, при резонансной частоте $f_0 \approx 11$ кГц разрушение материала плавленного кварца происходит уже при сдвиге резонансной частоты на уровне доли Герца. Соответственно, оценка по формуле (7.7) для коэффициента Пуассона $\nu = 0.3$ приводит к неравенству $\frac{\Delta f}{f_0} < 0.8 \cdot 10^{-4}$.

Тем не менее, обращаясь к данным раздела 4.2 и используя формулу (7.8) для $R \approx 800$ нм, $k_0 = 3.5 \cdot 10^5$ Н/м, получается неравенство $\frac{\Delta f}{f_0} < 3 \cdot 10^{-1}$. То есть разрушение происходит при сдвиге резонансной частоты до трехсот Герц. Вместе с тем, как следует из рисунка 4.11, совпадение наблюдается во всем диапазоне сдвига частот. Для образца ПММА ($H \sim 0.3$ ГПа) в случае того же зонда с $R \approx 800$ нм оценка (7.8) дает максимально допустимый сдвиг частоты в 30 Гц, а оценка (7.7) – менее 5 Гц, в то время как экспериментальное значение расходится с теоретической зависимостью при сдвиге частоты порядка 10 Гц. Для образца дюралюминия ($H \sim 0.5$ ГПа) оценка приводит к значению 0.02 Гц, в то время как совпадение наблюдается во всем диапазоне сдвига частот до 600 Гц.

Таким образом, в ряде случаев начало пластической деформации согласно критериям (7.7) и (7.8) оставляет возможность применимости соотношений, полученных в разделе 4.2, 4.3, однако естественно указывает на разрешение по частоте, необходимое для корректной работы прибора, а также на значения амплитуды, необходимые для улучшения применимости теоретических зависимостей.

7.2 Картографирование модуля упругости. Экспериментальное подтверждение возможности.

Приведенные в данном разделе результаты представлены в работе [106]. На основе зависимостей, приведенных в разделах 4.2 и 4.3, описывающих сдвиг резонансной частоты, а также изменение контактной силы при контакте с поверхностью можно осуществить картографирование модуля упругости. Пара уравнений (4.6), (4.9) (в случае приближения поверхности зонда параболоидом вращения) или пара уравнений (4.18), (4.23) (в случае приближения поверхности зонда усеченным конусом) задают систему уравнений вида:

$$\begin{cases} \omega = \omega(E^*, A, z_0) \\ F_a = F_a(E^*, A, z_0) \end{cases} \quad (7.10)$$

Все остальные параметры: резонансная частота свободных колебаний ω_0 , динамическая жесткость k_0 , а также параметры, задающие форму индентора (радиус R в случае поверхности в виде параболоида вращения или угол раствора α_{cone} и параметр c в случае поверхности в виде усеченного конуса), определяются в процессе калибровки. Описание подбора этих параметров уже было упомянуто в разделах 4.2 и 4.3. Параметр ω_0 определяется путем снятия АЧХ зонда. В разделах 4.2 и 4.3 этот параметр был определен путем снятия АЧХ в составе всего автогенераторного тракта: данная величина несколько отличается от частоты зонда, но этими отличиями можно пренебречь, так как согласно уравнениям (4.6), (4.18) при небольших сдвигах частот $\Delta\omega \ll \omega_0$ в уравнения для сдвига частоты будет входить комбинация ω_0/k_0 , а параметр k_0 калибруется путем подбора соответствия экспериментальной и теоретических кривых сдвига резонансной частоты на эталонном материале. Параметры, определяющие форму индентора, могут быть определены путем сопоставления экспериментальных и теоретических кривых $F_a(h)$ на эталонном материале.

В данном разделе использовались именно зависимости, приведенные в разделе 4.3 для зонда, форма иглы которого приближается усеченным конусом. Таким образом, в рамках дальнейшего рассмотрения предполагается, что система (7.10) определена уравнениями (4.18), (4.23). Как уже было указано ранее, данный подход целесообразно применять для острых зондов. Несмотря на то, что использование зондов с маленькой величиной радиуса острия кончика R согласно формулам (7.7) и (7.8) налагает более жесткие требования к допустимому разрешению по сдвигу резонансной частоты, использование более острых наконечников является более обоснованным с точки зрения их применения для измерений методом

наноиндентирования, а также и более высоким пространственным разрешением, которое может быть получено при сканировании.

Для картографирования модуля упругости был использован зонд, калибровочные параметры которого были представлены в разделе 4.3. Для сканирования были выбраны структуры, содержащие области с различными механическими свойствами.

Одной из таких структур являлась тестовая решетка TGZ2 [118–121]. Данная структура широко используется для калибровки перемещений на позиционерах атомно-силовых микроскопов. Изображение и схема структуры данной решетки представлены на рисунке 7.3. Штрихи решетки состоят из оксида SiO_2 , основание - из кремния.

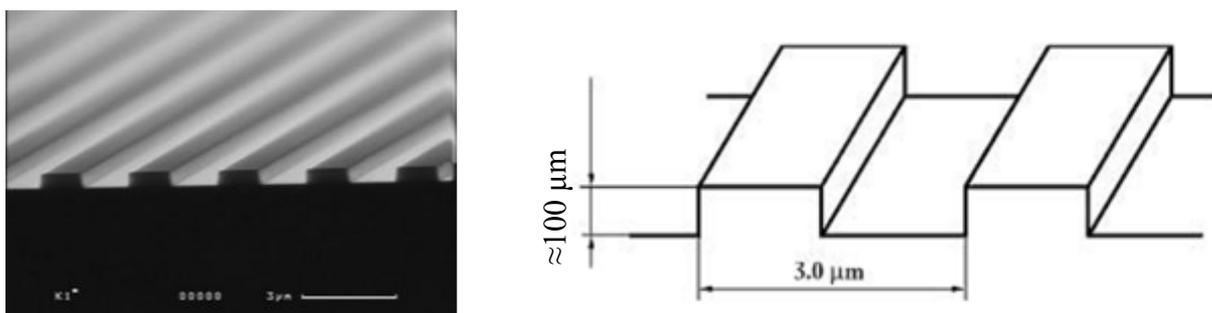


Рисунок 7.3 – Изображение и схема тестовой структуры TGZ 2 [121].

Высота тестовой решетки TGZ2, используемой в данном эксперименте, составила около 102 нм. Амплитуда колебаний во время сканирования составляла $\sim 4 - 8$ нм, средняя контактная сила прижима составила $\sim 10 - 16$ мкН, рабочий сдвиг резонансной частоты при сканировании: ~ 60 Гц. Для измеренных в точках (x, y) значений F_a , $\Delta f = \frac{\omega - \omega_0}{2\pi}$, А была решена система уравнений (7.10) (уравнения (4.18), (4.23)) относительно переменных E и z_0 (E однозначным образом определяется из E^* согласно формуле (1.3), так как параметры индентора известны). Полученный массив значений $E(x, y)$, состоящий из 512×512 точек, был усреднен медианным фильтром 3×3 точки. Фрагмент полученного массива (193×89 точек) представлен на рисунке 7.4.

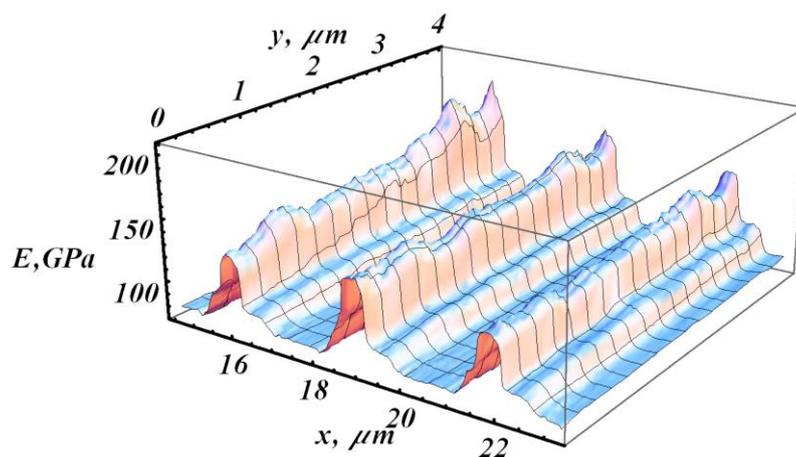


Рисунок 7.4 – Зависимость $E(x, y)$, полученная в ходе сканирования тестовой структуры TGZ 2. Следует обратить внимание на то обстоятельство, что большие значения модуля упругости соответствуют углублениям решетки.

Из полученных данных видно, что слой оксида обладает меньшим модулем упругости по сравнению с кварцем, что согласуется с литературными данными, согласно которым модуль упругости кварца составляет величины порядка 130 ГПа (направление $\langle 100 \rangle$) – 169 ГПа (направление $\langle 110 \rangle$) [122], в то время как модуль упругости SiO_2 составляет 73 ГПа [123].

Было проведено сканирование пленки меди, нанесенной на стекло, толщина покрытия составляла ~ 410 нм. Амплитуда колебаний во время сканирования составляла $\sim 3.5-8$ нм, средняя сила $\sim 6-18$ мкН, сдвиг резонансной частоты составил 60 Гц. Полученные значения $E(x, y)$ были отфильтрованы медианным фильтром 5×5 точек. Фрагмент размером 256×91 точка в диапазоне до 160 ГПа представлен на рисунке 7.5.

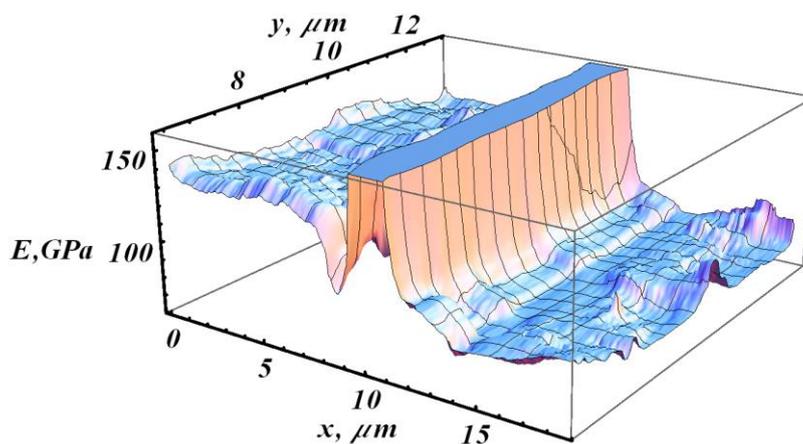


Рисунок 7.5 – Зависимость $E(x, y)$, полученная в ходе сканирования границы пленки меди на стекле.

Также видно, что полученное значение модуля упругости меди, как и следовало ожидать, меньше такового для стекла. В переходной области границы слоя меди и стекла видно резкое возрастание модуля упругости. Наиболее вероятная причина такого поведения - некорректная информация о значении амплитуды колебаний, однако, учитывая достаточно большую толщину слоя меди, в качестве причины также можно указать возможное касание иглой-пирамидой поверхности образца гранью, а не кончиком.

Также было проведено сканирование молибдена, напыленного на стекло (толщина покрытия: ~96 нм). Сканирование было произведено поверх границы напыления. Амплитуда колебаний в процессе сканирования составляла ~ 5 – 8 нм, средняя сила ~ 6 – 17 мкн, сдвиг резонансной частоты при сканировании ~ 60 Гц. Полученный массив $E(x, y)$ был отфильтрован медианным фильтром 5 x 5 точек. Изображение, соответствующее 256 x 50 точкам, приведено на рисунке 7.6.

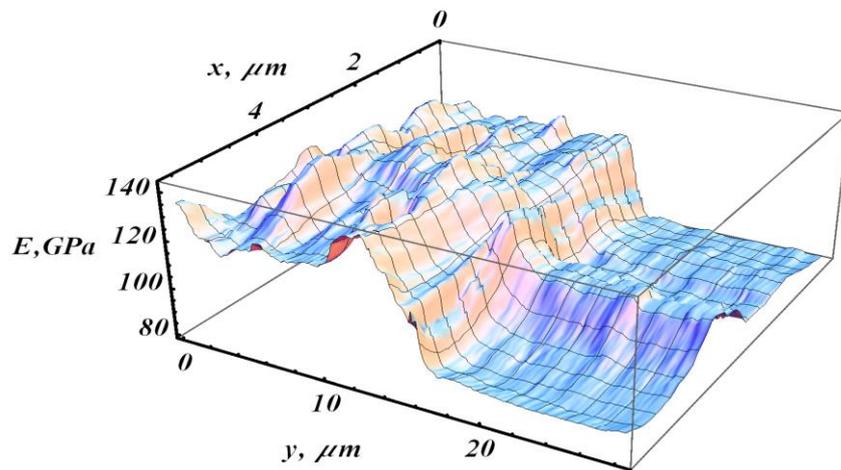


Рисунок 7.6 – Зависимость $E(x, y)$, полученная в ходе сканирования границы структуры молибден на стекле.

Согласно рисунку 7.6 значение модуля упругости молибдена больше модуля упругости стекла, однако меньше табличного значения, составляющего величину порядка 300 ГПа.

Таким образом, с использованием модели, представленной в разделе 4.3, было произведено картографирование трех различных гетерогенных структур. Полученные результаты показывают качественное, а в некоторых случаях и количественное соответствие измеренных данных табличным значениям модуля упругости. Серьезной трудностью, ограничивающей точность и область доступных к исследованию материалов, является предельное разрешение канала измерения силы прижима. Не смотря на то, что измерения проводились зондом с пониженной изгибной жесткостью (408 Н/м, см. раздел 4.3), полученное разрешение по силе (RMS в полосе до (0.25-500) Гц составляло 183 нН, в отличие от типичных значений порядка 5-10 мкН для зондов с изгибной жесткостью 10 кН/м). Это ведет к необходимости работать при сдвигах резонансных частот в десятки Гц, что неизбежно приводит к пластической деформации. Кроме того, существенной проблемой является отсутствие достоверных данных об амплитуде колебаний зонда (см. замечания в разделах 3.4, 6.1). Таким образом, применимость полученной модели существенно ограничивается техническими характеристиками зонда и электронной части прибора.

7.3 Картографирование отношения твердости к квадрату модуля упругости.

Экспериментальное исследование влияния рельефа поверхности на точность измерений.

На основе зависимостей, полученных в разделе 4.4 можно произвести картографирование приведенного значения твердости – отношения твердости к квадрату модуля упругости образца. Для этого при сканировании поверхности зондом нужно произвести регистрацию не только положения зонда z_0 , а также средней силы F_a и сдвига резонансной частоты Δf . Дальнейшее вычисление $\frac{H}{E^{*2}}$ в каждой точке сканирования (x,y) производится согласно формуле (4.32).

Данный подход по сравнению с методом, предложенным в разделе 7.2, существенно менее требователен к характеристикам прибора. Во-первых, в соотношение (4.32) не входит параметров, характеризующих форму зонда. Данное обстоятельство является прямым следствием того, что зависимость (4.24), связывающая наклон разгрузочной кривой с величиной приложенной силы и характеристиками образца H и E^* , не зависит от площади контакта. Если пренебречь возможным изменением коэффициента β_{ind} за счет неосесимметричного контакта с шероховатыми поверхностями, то можно утверждать, что данный факт, известный также из работы [30], приводит к возможности применения формулы (4.32) даже при сканировании шероховатых и неровных поверхностей. Для сравнения можно заметить, что в случае картографирования модуля упругости поверхность образца предполагается ровной и гладкой, по крайней мере, в области взаимодействия иглы индентора с образцом.

Вторым обстоятельством, существенно упрощающим, а также для случая используемого прибора и существенно повышающим качество получаемых результатов, является отсутствие амплитуды в соотношении (4.32). Единственным обязательным требованием является то, чтобы углубление зонда в образец в процессе сканирования было много больше значения амплитуды колебаний: в качестве грубой оценки снизу минимальным значением глубины можно указать удвоенное значение амплитуды, обеспечивающее полностью контактные колебания; хотя естественно желательно чтобы глубина контакта превышала данную величину хотя бы в несколько раз.

Необходимость глубоко контакта приводит к тому, что требование к разрешающей способности прибора по силе существенно снижаются, так как в отличие от случая

картографирования модуля упругости, сканирование должно производиться при усилиях, приводящих к пластической деформации поверхностного слоя исследуемого материала.

При сканировании образцов использовался зонд с характеристиками, описанными в пункте 4.4. В качестве гетерогенного объекта исследования была взята структура, представляющая стекловолокно в полимерной матрице. Вначале было произведено предварительное сканирование поверхности при поддерживаемом сдвиге резонансной частоты ~ 1.3 Гц. Полученное изображение представлено на рисунке 7.7. На полученном изображении область, в которой производилось картографирование отношения $\frac{H}{E^{*2}}$, отмечена на рисунке красной рамкой.

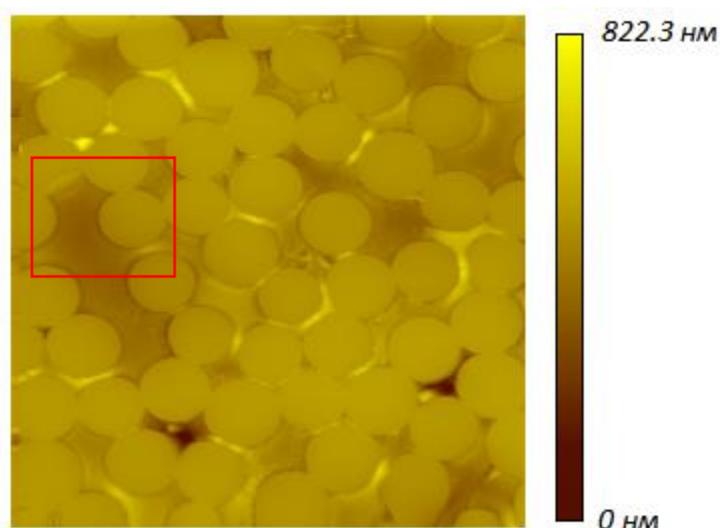


Рисунок 7.7 – Топография поверхности стекловолокна в матрице, красным квадратом отмечена область, в которой производилось картографирование H/E^{*2} , размер окна сканирования: 130 x 148.7 мкм.

Затем было проведено повторное сканирование выделенного участка. Амплитуда колебаний составила ~ 10 нм, поддерживаемый сдвиг резонансной частоты составил ~ 200 Гц, соответственно средняя контактная сила F_a изменялась в области волокон и матрицы и составила ~ 200 мкН в области волокон и ~ 1.2 мН в области матрицы. По полученным данным можно рассчитать H/E^{*2} ; в данном эксперименте для того чтобы построить карту твердости в формулу были подставлены априорные значения модулей упругости: 5 ГПа для эпоксидной матрицы, 85 ГПа для стекловолокна. Разделение области сканирования на область стекловолокна и область матрицы было проведено по значению контактной силы: при превышении 350 мкН для расчета твердости использовался модуль упругости матрицы, в противном случае использовался модуль упругости волокон. Полученное изображение,

содержащее 120x127 точек, было сглажено Гауссовым фильтром с радиусом 4 и дисперсией 2 точки. Полученный результат представлен на рисунке 7.8.

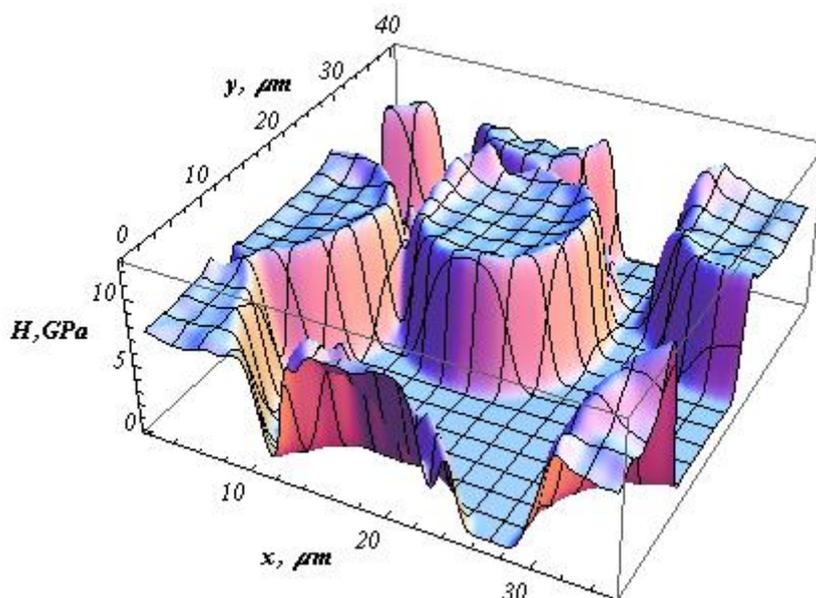


Рисунок 7.8 – Твердость поверхности образца, состоящего из стекловолокна в эпоксидной матрице, полученная по результатам сканирования (для вычисления использованы априорные значения модуля упругости).

В области матрицы значение твердости составило величину порядка 0.2 ГПа; как видно из рисунка 7.8 значения твердости в области центра волокон составили величину порядка 7-8 ГПа.

Также было проведено повторное сканирование поверхности при сдвиге резонансной частоты ~1.3 Гц, результат представлен на рисунках 7.9 а, б. Видно, что наибольшая деформация поверхности произошла в области эпоксидной матрицы, толщина удаленного слоя ~ 50 нм. В области волокон глубина бороздок, которые слабо заметны на рисунке 7.9 б составляет ~ 1.5 нм.

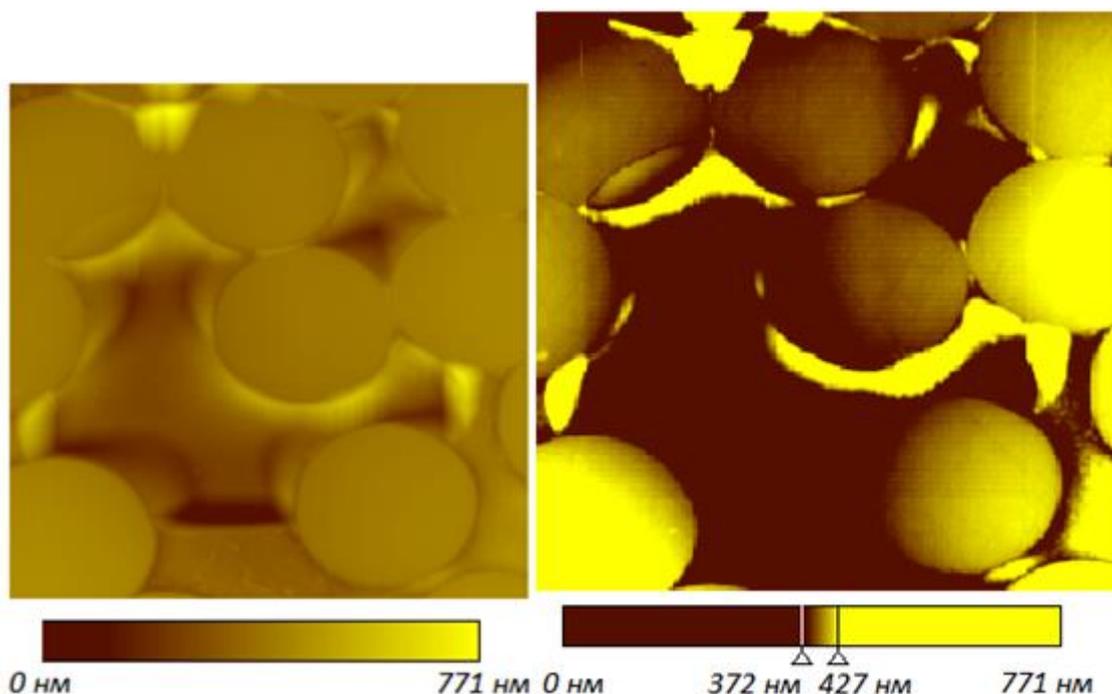


Рисунок 7.9 – Поверхность образца после сканирования со сдвигом частоты 200 Гц, размер окна сканирования: 47.1 x 53.9 мкм (а) – цветовой диапазон соответствует полному диапазону изменения высот от 0 нм до 771 нм (б) – цветовой диапазон соответствует полному диапазону изменения высот от 372 нм до 427 нм.

Также были проведены следующие эксперименты: на полированные поверхности плавленого кварца и ПММА были нанесены уколы с нагрузками 90 мН и 18.2 мН соответственно. Топография данных отпечатков, полученная при сканировании с малым сдвигом резонансной частоты (поддерживаемое значение Δf : 2.9 Гц для плавленого кварца и 1.2 Гц для ПММА), представлено на рисунке 7.10.

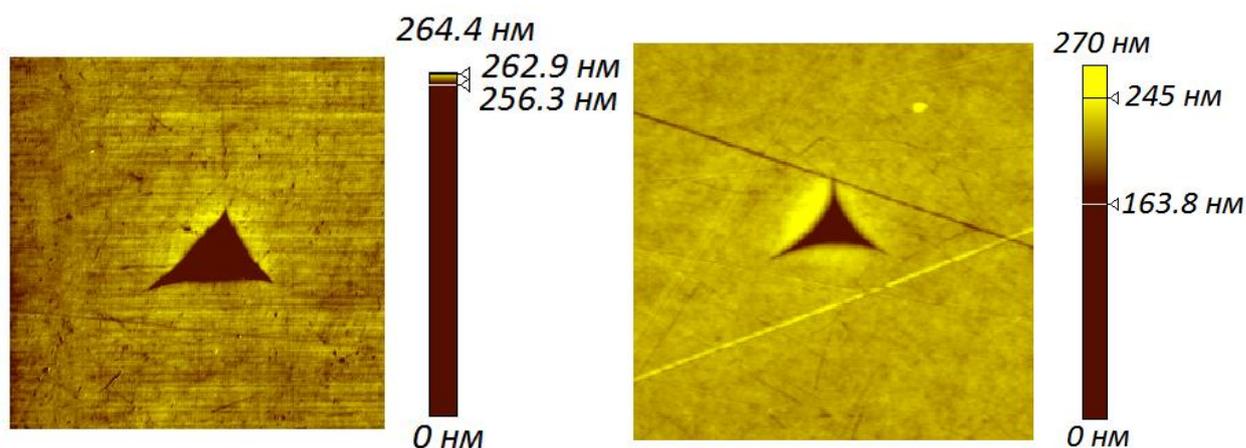


Рисунок 7.10 – Следы индентирования в плавленном кварце (а) и ПММА (б). Размеры поля сканирования: 16.9 мкм x 19.32 мкм (а), 39.32 мкм x 45.08 мкм (б).

Было проведено новое сканирование соответствующих участков поверхности с записью сигналов сдвига резонансной частоты и средней силы F_a . Поддерживаемый регулятором сдвиг резонансной частоты составил 62 Гц и 40 Гц, а типичные значения силы составили 1 мН и 300 мкН для образцов ПММА и плавленного кварца соответственно, причем в области индента контактная сила для плавленного кварца падала практически до нуля (до величин порядка 10 мкН). В то же время, для образца ПММА контактная сила существенно не отличалась от 1 мН практически во всей области сканирования.

Данное резкое падение контактной силы при сканировании отпечатка плавленного кварца с постоянным сдвигом резонансной частоты и почти отсутствующее изменение контактной силы при сканировании отпечатка в ПММА можно объяснить следующим образом. По сравнению с ПММА плавленный кварц обладает меньшей величиной упругого восстановления, и, соответственно, в области отпечатка плавленного кварца игла более плотно прилегает к оставленному ей же отверстию, что приводит к резкому возрастанию контактной площади, а, следовательно, и к возрастанию упругих и диссипативных сил (например, обусловленных вязким трением). Увеличение контактной площади приводит к резкому росту сдвига резонансной частоты и как следствие перестает выполняться условие наличия пластической деформации в области контакта. Увеличение диссипации энергии в области контакта приводит к резкому падению амплитуды в середине индента, что в свою очередь приводит к искажению получаемых данных о твердости. Из уравнений (4.6), (4.10) видно, что при заданном среднем

положении зонда z_0 с уменьшением амплитуды происходит увеличение сдвига резонансной частоты $\Delta f = \frac{\omega - \omega_0}{2\pi}$ и уменьшение средней за период колебаний силы F_a .

При таком объяснении локальной аномалии измеренной твердости в области индента возникает вопрос о применимости соотношений (4.6) и (4.10) для случая упругопластической деформации. Обосновать возможность применимости данных соотношений можно с использованием понятия «эффективной формы индентора», описанной в разделе 1.4, а также с помощью утверждения о том, что повторные нагружения индентора являются упругими (см. раздел 4.4). Действительно, учитывая, что скорость сканирования поверхности составляла 10 мкм/с, а резонансная частота – более 10 кГц, можно считать, что за каждый период зонд перемещался менее чем на 1 нм. С другой стороны, согласно данным раздела 4.3, даже для острых инденторов и даже в случае самого твердого из обсуждаемой пары материалов – плавленого кварца, сдвигу частоты в 60 Гц соответствуют углубления порядка 20 нм. Учитывая, что угол между стороной и высотой пирамиды составляет $\sim 65^\circ$ ($\text{tg}(65^\circ) \sim 2$), изменение углубления на расстоянии 1 нм от кончика составляет 0.5 нм. То есть на каждом периоде зонд совершает колебания в уже проделанном отверстии, а значит его колебания практически упругие. Согласно рисунку 1.9 взаимодействие индентора с образцом описывается упругими уравнениями взаимодействия плоского образца с параболическим телом достаточно большого радиуса R , и значит применимы уравнения (4.6) и (4.10).

Таким образом, в случае с поддержанием постоянного сдвига резонансной частоты, при сканировании области отпечатка относительное падение силы будет больше для материалов с меньшим коэффициентом упругого восстановления. Но так как падает сила F_a , падает и контактное напряжение под индентором. В свою очередь недостаточное напряжение под индентором приводит к тому, что пластическая деформация не присутствует по всей площади контакта с индентором и это приводит к падению твердости, измеренной при помощи соотношения (4.32) (см. объяснение в пункте 4.4, в частности падение твердости на начальном участке кривых на рисунке 4.19). Данный эффект виден и на обработанных экспериментальных данных, приведенных на рисунке 7.11. На ПММА пластическая деформация достигается гораздо быстрее и эффект падения твердости в области отпечатка является незначительным (рисунок 7.12).

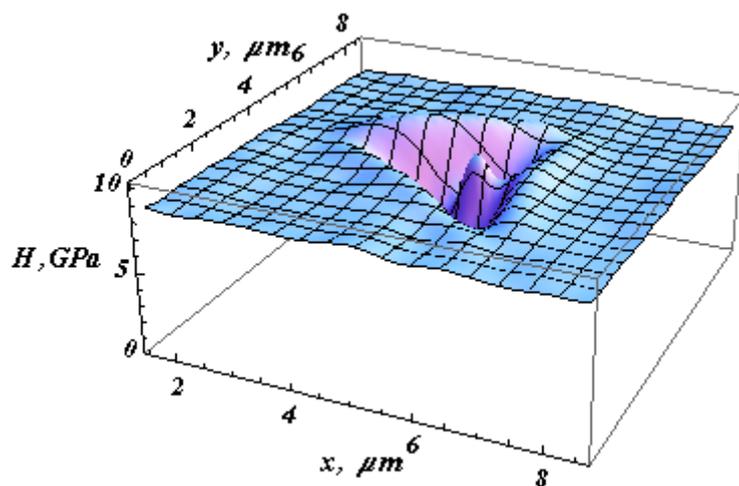


Рисунок 7.11 – Твердость, рассчитанная по результатам сканирования поверхности плавленого кварца, содержащей отпечаток. Для построения использовалось $E^*=70$ ГПа.

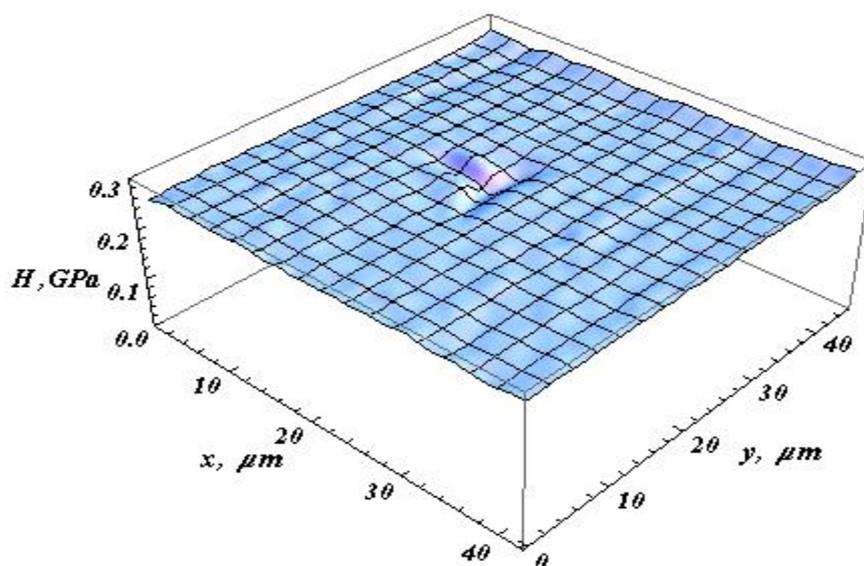


Рисунок 7.12 – Твердость, рассчитанная по результатам сканирования поверхности ПММА, содержащей отпечаток. Для построения использовалось $E^*=4.5$ ГПа.

Таким образом, экспериментальное исследование образцов плавленого кварца и ПММА с предварительно нанесенными глубокими индентами привело к корректным значениям твердости в недеформированной области и заниженным значениям в области отпечатка, что объясняется недостаточным прижимом зонда к поверхности во время сканирования. В то же время, стабильное значение твердости измеренной на ПММА указывает на слабую зависимость получаемой величины от рельефа поверхности.

Также было проведено исследование тестовой структуры TGZ 2, уже упомянутой в разделе 7.2. Как было указано ранее, данная структура представляет собой решетку, верхняя часть которой образована оксидом кремния, а нижняя – кремнием. В каждой из этих областей было произведено нагружение колеблющегося индентора в поверхность, оставшиеся в результате данных операций отпечатки приведены на рисунке 7.13.

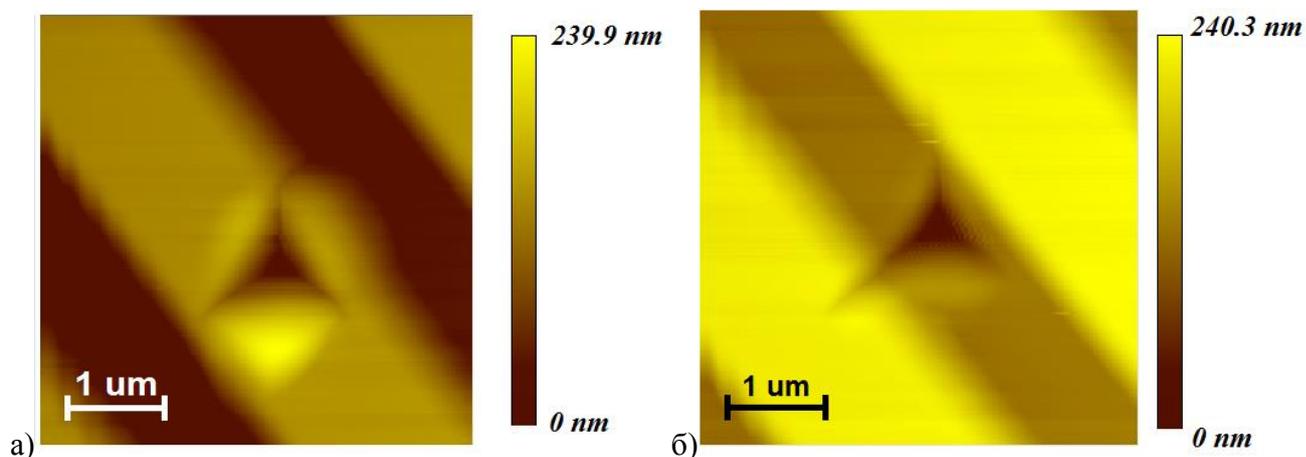


Рисунок 7.13 – Отпечатки, оставшиеся в результате динамического нагружения индентора в слой оксида кремния (а) и кремния (б)

Полученные в результате данного индентирования сигналы сдвига резонансной частоты Δf и приложенной силы F_a были обработаны с использованием соотношения (4.32). Для оксида кремния было использовано значение $E^* = 70$ ГПа, для кремния - $E^* = 150$ ГПа. Вычисленные значения твердости H и сдвига частоты Δf в зависимости от глубины h приведены на рисунке 7.14.

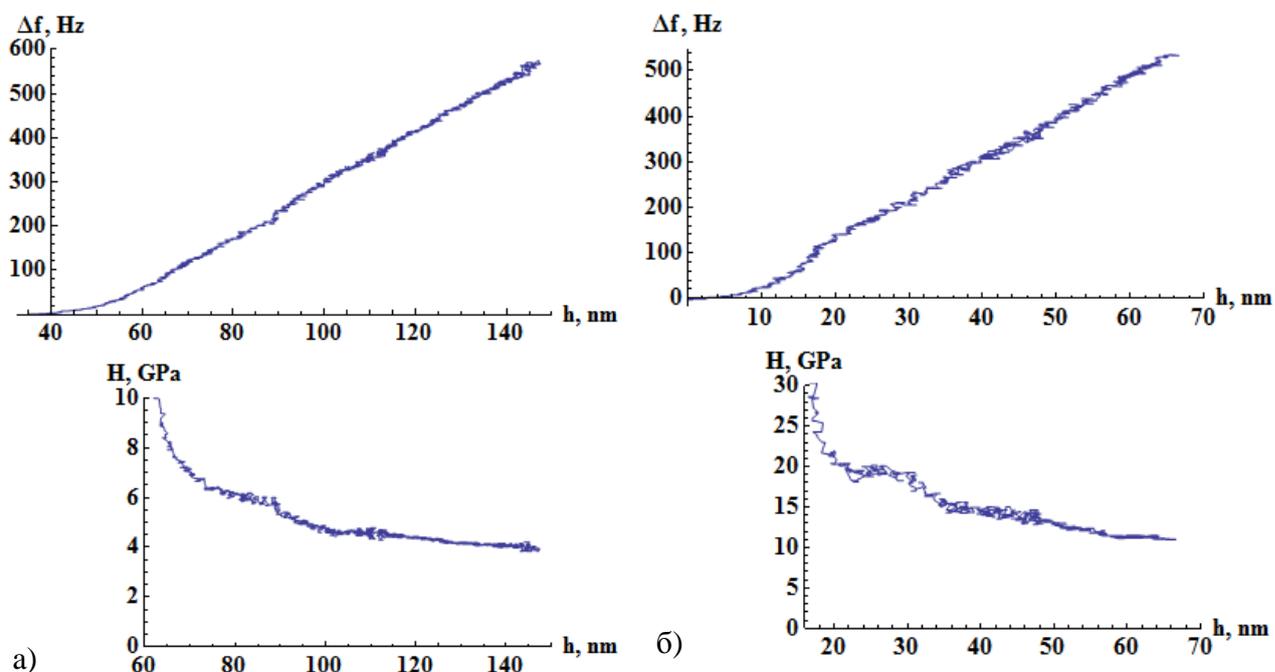


Рисунок 7.14 – Сдвиг резонансной частоты и вычисленное значение твердости, полученные для оксида кремния (а) и кремния (б)

Как видно из представленных кривых, эффекты, обусловленные влиянием амплитуды, резко выражены при глубинах меньше ~ 70 нм для оксида кремния ($\Delta f \sim 100$ Гц) и при глубинах меньше ~ 20 нм ($\Delta f \sim 150$ Гц) для кремния. В дальнейшем зависимость твердости от глубины стабилизируется, однако заметны скачкообразные изменения рассчитанного значения твердости, что может быть связано с тем, что размер отпечатка начинает сравниваться с периодом структуры (рис. 7.13а и 7.13б).

Исходя из необходимого сдвига резонансной частоты ($\Delta f > 150$ Гц) было проведено сканирование данного образца TGZ 2 с поддержанием постоянного сдвига резонансной частоты 200 Гц и 300 Гц. На рисунках 7.15 а и б приведены следы, оставшиеся после сканирования. Из рисунка 7.15 б, на котором цветовой шкалой обозначена только часть диапазона высот, видно, что углубление оставшиеся после сканировании со сдвигом частоты 200 Гц (~ 10 нм, область сверху рисунка 7.15 б), меньшего такового, оставшегося после сканирования материала с частотой 300 Гц (~ 15 нм, область снизу рисунка 7.15 б).

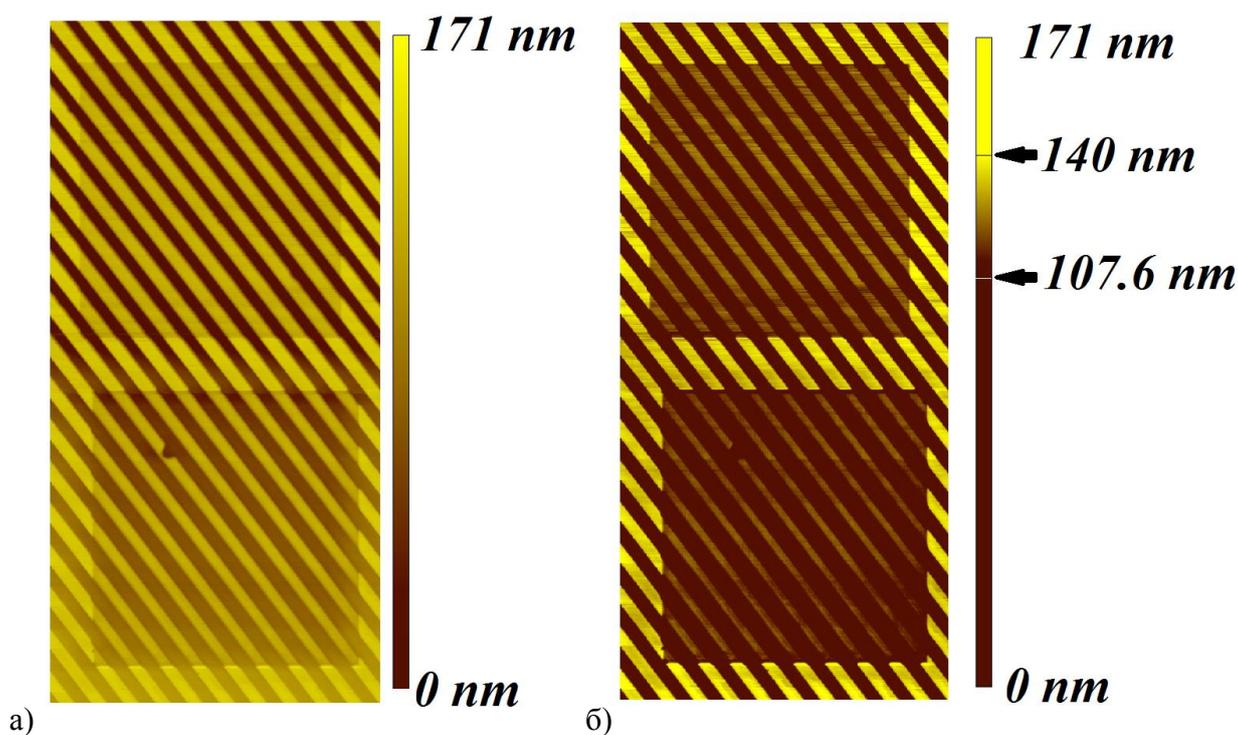


Рисунок 7.15 – Топография структуры TGZ 2, полученная после сканирования с частотой 200 Гц (верхний квадрат) и 300 Гц (нижний квадрат); а) цветом обозначен весь диапазон изменения вертикальной координаты, б) цветом обозначена часть диапазона. Размер поля сканирования 39.3 x 78.8 мкм.

Полученные в процессе сканирований сигналы сдвига резонансной частоты Δf и силы F_a были использованы для построения карт твердости H , при этом в качестве модуля упругости были использованы следующие значения: $E^*=70$ ГПа для оксида кремния и $E^*=150$ ГПа для кремния. Карта расчетного значения твердости, полученная в результате сканирования со сдвигом частоты 200 Гц, представлена на рисунке 7.16. Сканирование проводилось вдоль оси ОУ.

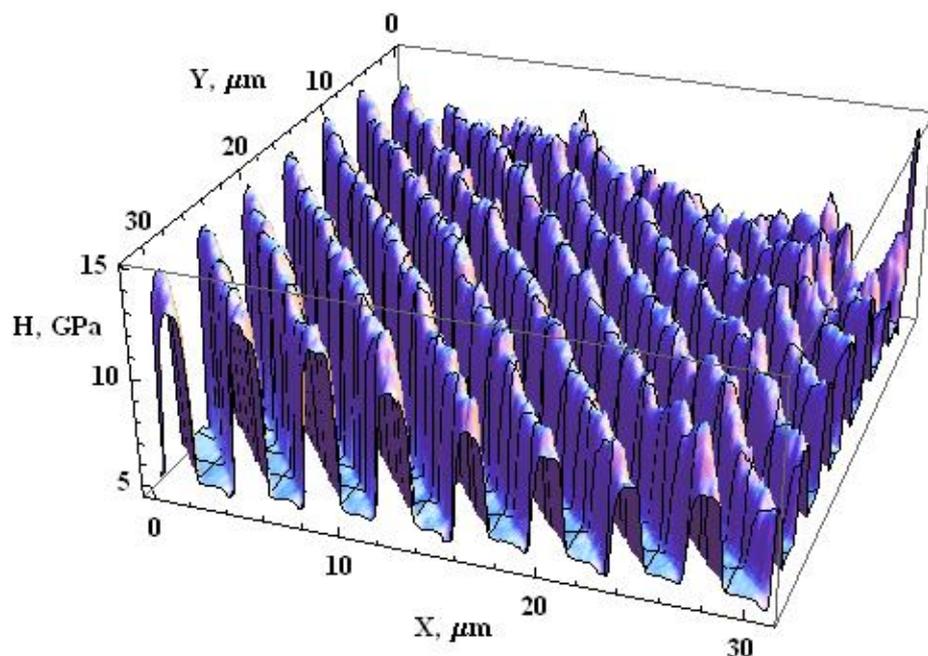


Рисунок 7.16 – Зависимость твердости от глубины, полученная при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 200 Гц.

Соответствующий сигнал вертикального положения зонда представлен на рисунке 7.17.

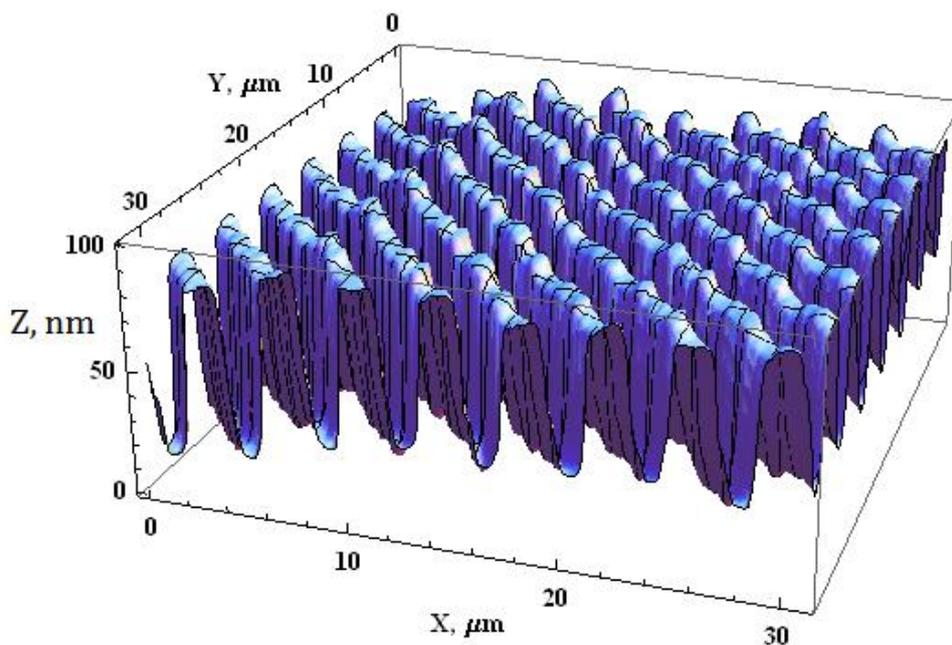


Рисунок 7.17. – Изменение вертикального положения зонда при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 200 Гц.

Как видно из представленного рисунка, после нескольких первых строк сканирования ($X \approx 5 \mu m$) индентор начинает погружаться в решетку на меньшую глубину. Подобное

«всплытие» зонда может быть обусловлено тем, что во время сканирования зонд «стачивает» поверхность, и ее остатки попадают в углубления решетки. С этой особенностью можно связать и эффект изменения расчетного значения твердости в процессе сканирования (см. рис 7.16 при $X \geq 10 \mu m$). В области $X \lesssim 10 \mu m$ значения твердости являются достаточно стабильными, как это видно из рисунка 7.18.

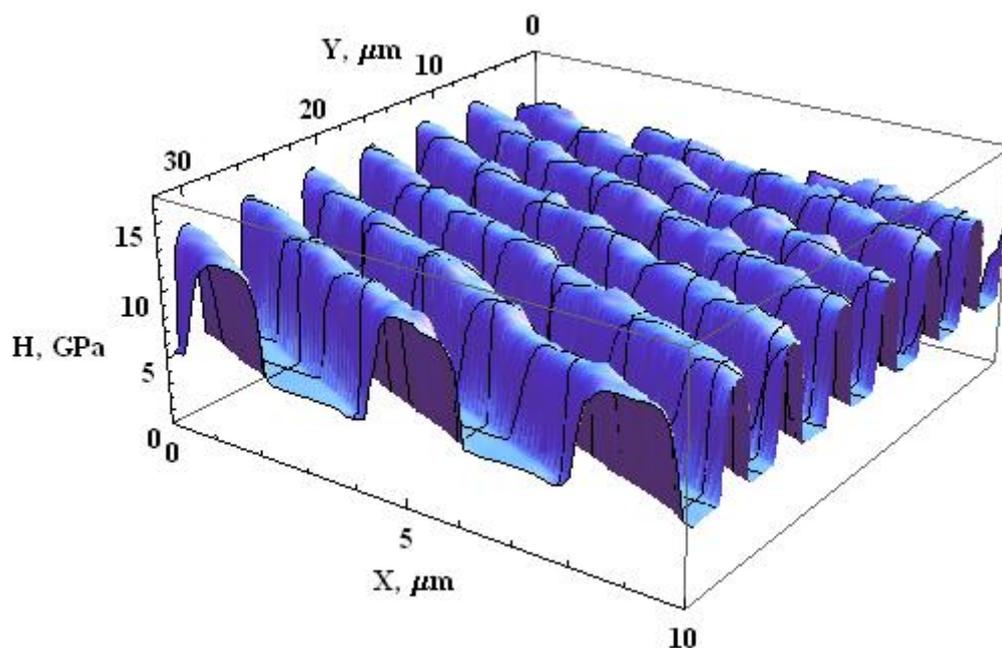


Рисунок 7.18 – Фрагмент зависимости твердости от глубины, полученной при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 200 Гц.

Сканирование со сдвигом частоты 300 Гц было проведено в области, изображенной внизу рисунков 7.15 а и б (углубление в форме квадрата). Как видно из неискаженной области рисунка 7.15 а, внизу представленного изображения глубина решетки становится меньше: данный объект находился в использовании достаточно давно, вследствие чего его поверхность была загрязнена и изношена. Измеренное в данной области значение твердости и соответствующее изменение вертикального положения зонда в процессе сканирования представлено на рисунках 7.19 и 7.20.

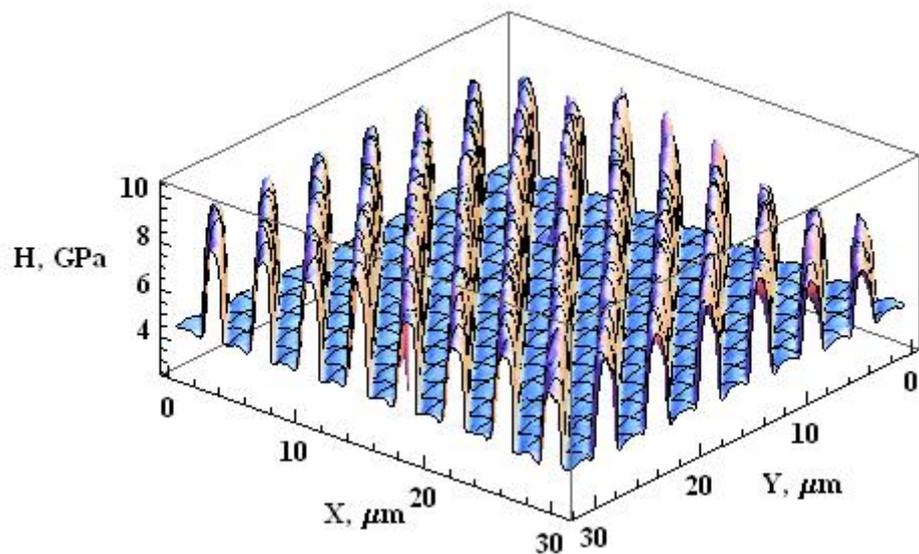


Рисунок 7.19. – Зависимость твердости от глубины, полученная при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 300 Гц.

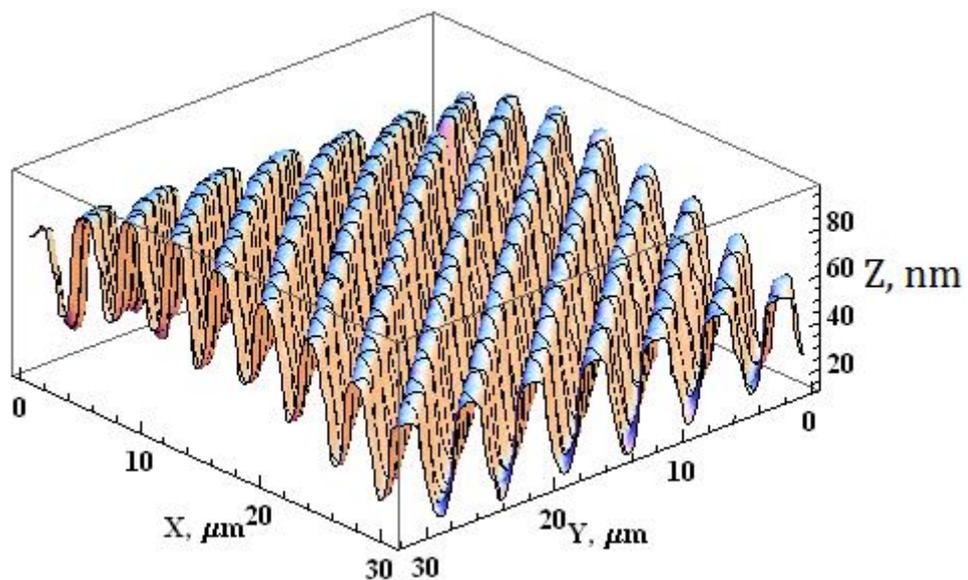


Рисунок 7.20. – Изменение вертикального положения зонда при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 200 Гц.

Данные расчетного значения твердости, приведенные на рисунке 7.19, показывают, что значения твердости, измеряемые во время сканирования соответствуют таковым, полученном при проникновении колеблющегося индентора в поверхность в одной точке (рисунок 7.14 а и 7.14 б): с увеличением частоты также наблюдается падение измеряемого значения твердости. Также как и для случая сканирования со сдвигом резонансной частоты 200 Гц, можно отметить,

что в области $X \lesssim 10 \mu\text{m}$ значения твердости оксида кремния и кремния являются достаточно стабильными (рисунок 7.21).

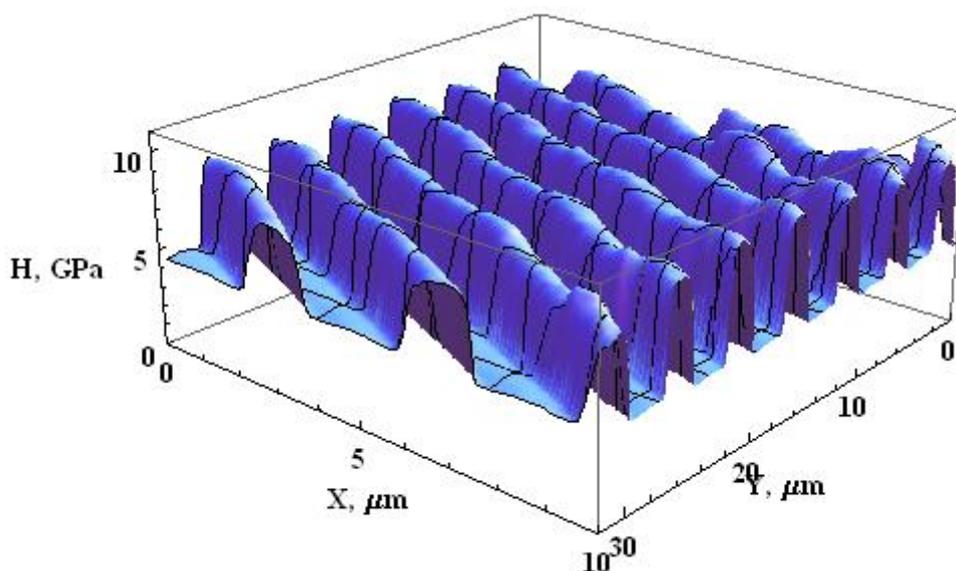


Рисунок 7.21 – Фрагмент зависимости твердости от глубины, полученной при сканировании поверхности TGZ 2 со сдвигом резонансной частоты 300 Гц.

Таким образом, при работе с тестовыми структурами, изготовленными из известных материалов и обладающих известными свойствами, были получены результаты, хорошо коррелирующие с табличными значениями твердости и модуля упругости кремния и его оксида. При этом продемонстрирована зависимость значения приведенной твердости, вычисляемой по снимаемым данным, от глубины погружения или уровня статического прижима острия к поверхности и рабочего сдвига резонансной частоты зонда. Данная зависимость приводит к искажению информации об истинном значении твердости исследуемого материала и требует соответствующей корректировки измеренных значений исходя из данных, получаемых на единичной кривой подвода.

Успешное изучение тестовых структур повышает доверие к данным, полученным на структурах с неизвестными априори свойствами, и указывает на пути верификации получаемой информации. Ключом к интерпретации получаемых карт приведенной твердости могут быть точечные измерения методом кривых подвода отдельных фракций исследуемого гетерогенного материала. Благодаря возможности точного позиционирования острия индентора в пределах области сканирования данная операция не представляет особой трудности для приборов являющихся полноценными сканирующими наноинденторами, например приборов семейства «НаноСкан».

С использованием описываемого в данной главе метода также было проведено исследование экспериментального резонатора, изготовленного на основе многослойной структуры, содержащей алмазную подложку, пьезокерамический материал нитрид алюминия и два тонких электрода молибденовый и алюминиевый. Схема данной структуры приведена на рисунке 7.22.

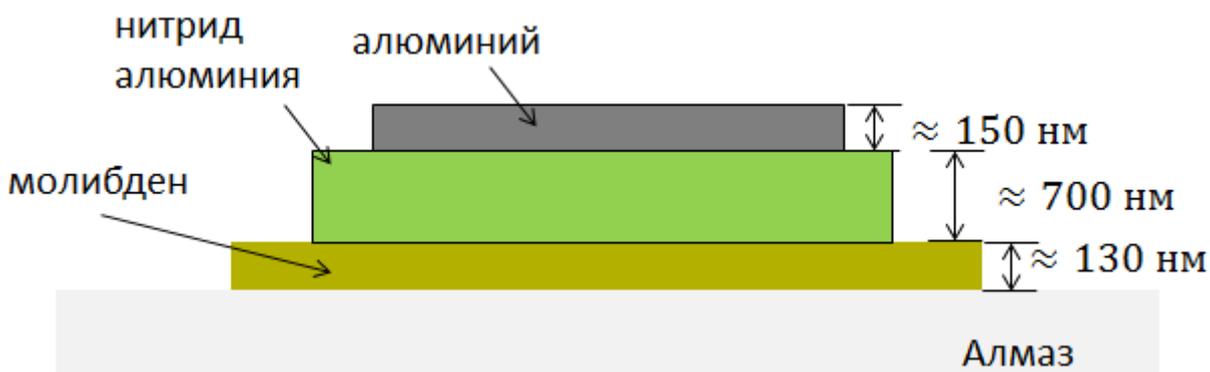


Рисунок 7.22 – Структура резонатора.

На рисунке 7.23 приведены изображения исследуемой структуры, полученные с помощью оптического микроскопа. Царапина, заметная на структуре рисунка 7.23 а, была оставлена вследствие профилирования с неправильной работой регулятора.

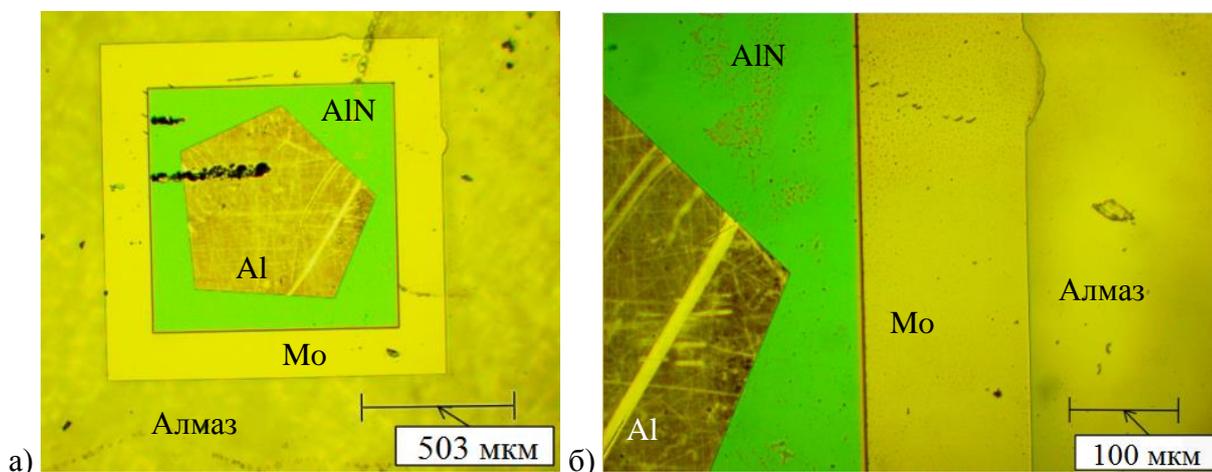


Рисунок 7.23 – Оптическое изображение резонатора.

Пример области, отсканированной при помощи прибора «НаноСкан 3Д», содержащей границу Mo- AlN и AlN-Mo, представлен на рисунке 7.24. Из изображения была предварительно вычтена поверхность второго порядка.

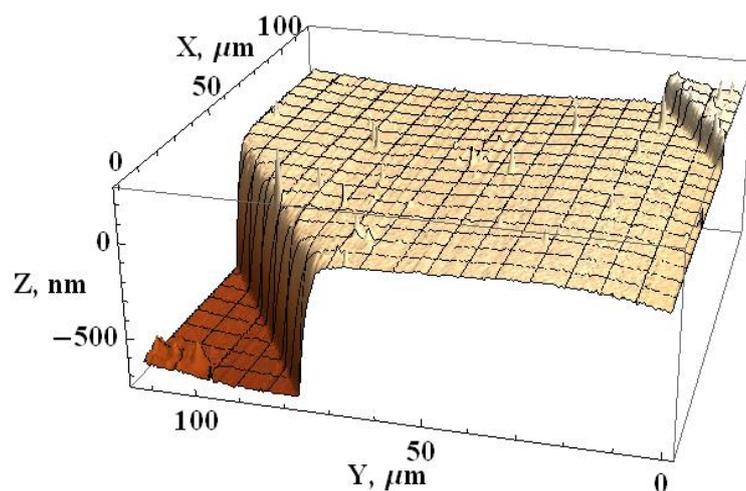


Рисунок 7.24 – Трехмерное изображение фрагмента резонатора, содержащего границу Мо-AlN (слева) и AlN-Mo(справа).

Исследование твердости и модуля упругости методом инструментального индентирования было проведено на приборе «НаноСкан 4Д». Места нанесения индентов по поверхности резонатора представлены на рисунке 7.25.

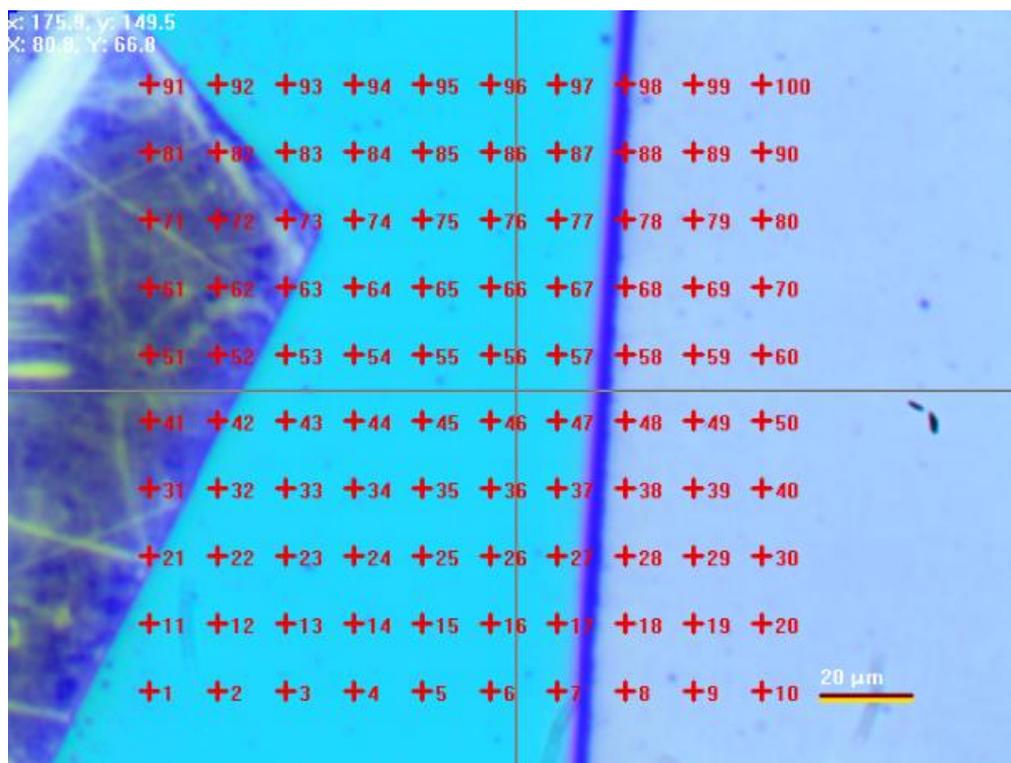


Рисунок 7.25 – Оптическое изображение и место расположения индентов, нанесенных на поверхность резонатора.

Максимальная сила в процессе каждого нагружения составила 3 мН. Полученная в результате данных измерения карта распределения твердости и модуля упругости представлена на рисунке 7.26.

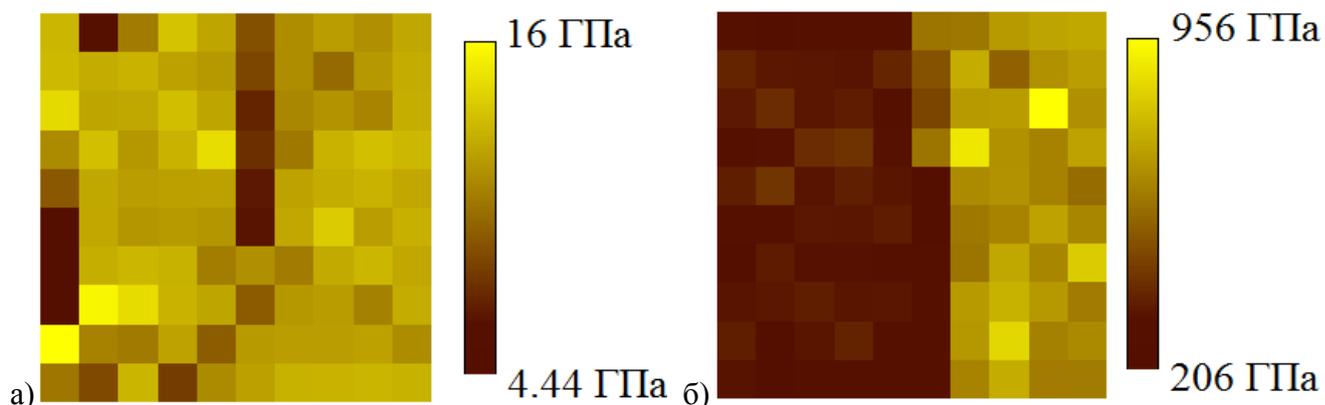


Рисунок 7.26 – Карты твердости (а) и модуля упругости (б), полученные в результате индентирования. Размер области: 153.3 мкм x 150 мкм.

Среднее значение модуля упругости $\frac{E}{1-\nu^2}$ в левой части рисунка 7.26 б (темная область, соответствующая нитриду алюминия) составило 324 ГПа, среднее значение модуля упругости в правой части рисунка 7.26 б (светлая область, соответствующая молибдену) составило 677 ГПа. Именно эти значения использовались для определения твердости H при картографировании величины H/E^{*2} . Учитывая формулу (1.3), для оксида алюминия модуль упругости E^* был принят равным 253 ГПа, для молибдена – 426 ГПа. Полученные значения модуля упругости в значительной степени обусловлены влиянием алмазной подложки: глубина индентирования в области пленки молибдена составляла величину порядка 70 нм, т.е. около половины ее толщины. Естественно, что в данном случае влияние подложки весьма существенно: в качестве простого типичного ограничения допустимой глубины индентирования можно привести правило «10 процентов» [31], которое в данном случае было превышено. В области нитрида алюминия максимальная глубина индентирования составляла величину порядка 40 нм и поэтому вычисленное значение модуля упругости в большой степени соответствует значению модуля упругости пленки без влияния подложки.

Картографирование величины H/E^{*2} было проведено при помощи прибора «НаноСкан 3Д», топография поверхности и соответствующая величина H представлены на рисунке 7.27.

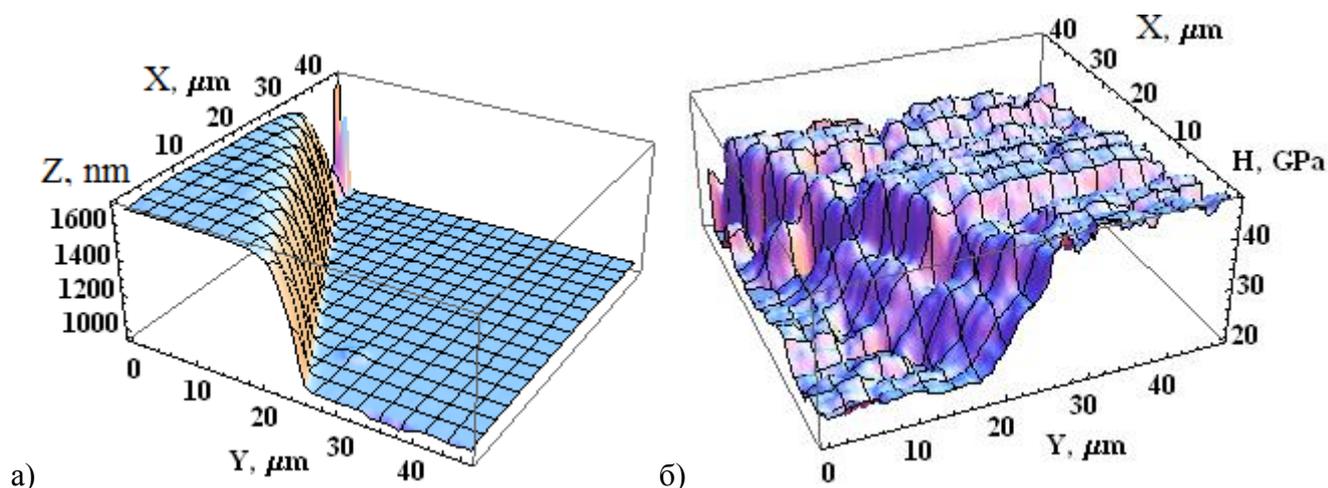


Рисунок 7.27 – а) топография поверхности б) рассчитанное значение твердости, полученные в результате сканирования границы нитрид алюминия - молибден.

Во время сканирования поддерживался постоянный сдвиг резонансной частоты порядка 330 Гц. Если сопоставить это значение с зависимостью сдвига резонансной частоты от углубления при единичном укалывании зонда в поверхность слоя нитрида алюминия и в поверхность молибдена, то получится средняя глубина в процессе сканирования данных поверхностей: 27 нм в случае нитрида алюминия и 35 нм для молибдена. Амплитуду колебаний во время сканирования можно оценить величиной ~ 10 нм.

Таким образом, сканирование прибором «НаноСкан 3Д» было проведено при меньшем углублении; влияние алмазной подложки было менее существенным, чем в случае измерений, проведенных прибором «НаноСкан 4Д» (рис. 7.26) и следует ожидать, что эффективное значение E^* было меньше соответствующей величины, полученной при помощи метода инструментального индентирования. В связи с данным обстоятельством вычисленная для измеренного значения H/E^{*2} твердость H оказывается завышенной. С другой стороны, даже при наличии верной для данной глубины информации о модуле упругости E^* , средняя глубина сканирования слоя молибдена 35 нм оказывается весьма значимой по сравнению с его толщиной, что в свою очередь все равно приводит к существенному влиянию алмазной подложки на измеряемые данные.

В данной заключительной главе диссертационной работы были 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.

Экспериментально подтверждена возможность картографирования приведенного значения твердости материала в процессе сканирования и оценена толщина того слоя материала, в котором происходит измерение твердости.

Проведено исследование как тестовых структур с известными механическими свойствами, так и экспериментальных образцов, представляющих интерес для разработчиков нового радиолектронного оборудования.

Заключение

Обзор основных моделей контактного взаимодействия острия зонда с поверхностью показал, что механизмов влияния поверхности на параметры колебательной системы зонда достаточно много и для разных типов зондов основную роль играют физически различные механизмы. При анализе поведения пьезокерамического зонда следует учитывать те механизмы, влияние которых максимально выражено при рабочих параметрах зонда и соответствующих условиях эксперимента. Проведенные оценки показывают, что основное влияние на поведение зонда оказывают силы, связанные с упругой и пластической деформацией поверхности в области контакта алмазного острия с поверхностью исследуемого материала.

Из анализа выпускаемого сегодня оборудования для наноиндентирования 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 допускают возможность резонансного возбуждения зонда и контроль как постоянной, так и переменной составляющих силы и перемещения, поэтому результаты представленного в данной диссертационной работе исследования применимы к широкому классу приборов осуществляющих наноиндентирование. На сегодняшний день наиболее широко полученные результаты используются в отечественных приборах семейства «НаноСкан».

На первом этапе выполнения работы были рассмотрены три взаимосвязанные задачи:

Проанализировано поведение пьезокерамического резонансного зонда и установлена взаимосвязь геометрических, механических и пьезоэлектрических свойств камертона с резонансной частотой и электрическими свойствами пьезорезонансного зонда. В результате были получены аналитические выражения для сигналов возбуждения и отклика пьезорезонансного зонда, используемого в приборах семейства «НаноСкан»;

Проанализирована работа автогенераторной схемы возбуждения пьезорезонансного зонда, получены укороченные уравнения, позволяющие определить установившиеся значения амплитуды и частоты колебаний зонда, определено быстроедействие по частотному и амплитудному каналу регулирования;

Получены аналитические выражения, связывающие сдвиг частоты и изменение амплитуды автоколебаний пьезорезонансного зонда с параметрами тракта возбуждения, принесенными потерями и изменением контактной жесткости.

Второй этап работ привел к следующим результатам:

Получены аналитические зависимости, устанавливающие взаимосвязь сдвига резонансной частоты зонда, статической силы прижима и амплитуды колебаний с упругими свойствами исследуемого материала для зондов, форму которых можно приблизить усеченным конусом, проведена соответствующая экспериментальная проверка;

Прогнозирована необходимость одновременного измерения комплекса динамических и статических параметров зонда для количественной характеристики механических свойств исследуемого материала;

Обоснована теоретически и подтверждена экспериментально возможность количественного измерения модуля упругости и отношения твердости к квадрату модуля упругости образца методом кривых подвода;

На следующем этапе работ был проведен анализ протекания электрического тока через область контакта токопроводящего алмазного острия с поверхностью. На основе соотношений, описывающих поведение упругой среды, были получены уравнения, связывающие величину приложенного напряжения, протекающий ток, амплитуду, сдвиг резонансной частоты колебаний, а также среднюю за период колебаний силу и углубление в поверхность. Некоторые из полученных соотношений не зависят от приведенного радиуса кривизны индентора, что в виду понятия «эффективной формы индентора» позволяет использовать их, в том числе, и при пластической деформации. Соотношения показывают реализуемость процедуры измерения удельной проводимости тестируемого материала с использованием пьезорезонансного зонда с токопроводящим индентором.

Было подробно рассмотрено четыре возможных механизма механических потерь в области контакта – вязкое трение, капиллярные силы, вязкоупругие свойства материала и пластическая деформация материала. Оценки показывают, что наиболее значимыми для гашения колебаний пьезорезонансного зонда, используемого в приборах «НаноСкан», являются вязкие потери в слое приповерхностной жидкости, вязкоупругие свойства и пластическая деформация исследуемого материала. При этом вязкоупругие свойства большинства твердых и эластичных материалов, как правило, вносят пренебрежимо малый вклад в изменение добротности колебательной системы, представляющей собой зонд в области контакта острия с поверхностью.

Основными претендентами на источники гашения колебаний пьезорезонансных зондов, используемых в приборах «НаноСкан», по-видимому, являются вязкие потери и пластическая деформация в области контакта. Получены аналитические выражения, позволяющие оценить вклад данных механизмов в уменьшение добротности зонда.

Еще одним фактором, влияющим на амплитуду колебаний зонда, является наличие в тракте автогенератора полосно-пропускающего фильтра, уменьшающего петлевое усиление тракта при росте резонансной частоты зонда во время его контакта с поверхностью. В ряде ситуаций влияние данного фактора может быть доминирующим, особенно при сильном возбуждении автогенератора. Для существующих приборов способом уменьшения данного влияния может быть рекомендация использовать минимально возможное значение добротности ППФ в тракте автогенерации. Для будущих разработок можно рекомендовать использование альтернативных схем возбуждения резонансных колебаний на основе цифровых сигнальных процессоров.

Наблюдаемые экспериментально механические потери в области контакта осциллирующего острия с поверхностью на данный момент не используются в измерительных методиках для определения свойств вязких слоев жидкости и пластических свойств материалов. Разработка таких методик – дело будущих исследований. На данном этапе работ при определении модуля упругости и твердости исследуемого материала изменение амплитуды учитывается при обработке экспериментальных данных, что возможно благодаря непрерывному контролю амплитуды колебаний с помощью амплитудного детектора, входящего в состав схемы электронного обеспечения автоколебаний.

Наиболее красивым результатом проведенного исследования является демонстрация возможности количественного картографирования механических свойств исследуемого материала в процессе сканирования топографии поверхности.

Произведенные оценки тех механических напряжений, которые возникают в области контакта алмазного острия пьезорезонансного зонда с исследуемой поверхностью, и определенные 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, кристаллы и металлы.

Экспериментально подтверждена возможность картографирования отношения твердости к квадрату модуля упругости в процессе сканирования и получены значения толщины деформируемого слоя.

Было проведено исследование ряда тестовых и экспериментальных материалов и структур с использованием разработанных физических моделей, новых методик измерения и подходов к обработке экспериментальных данных.

Можно 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 «электронной» части, которые, естественным образом определяют рамки доступных измерений, а также точность получаемых результатов. Не вдаваясь в особенности «электронной» нанотвердомера можно сказать, что представленная физическая модель описывает принципиальную основу для физических измерений. Важность данного рассмотрения обусловлена необходимостью понимания физических процессов, которые происходят в области контакта острия зонда с исследуемой поверхностью, так как без этого невозможна грамотная разработка полной конструкции прибора, осуществляющего количественные измерения свойств исследуемого материала. Данная ключевая задача описания физических процессов, происходящих в области контакта была решена в данной диссертации.

Из проделанной работы следует, что методом кривых подвода, контролируя амплитуду колебаний, частотный сдвиг и статическую силу, можно проводить количественные измерения модуля упругости (E) и приведенного значения твердости (H/E^2) с пространственным разрешением не хуже 100 нм.

Приведенное аналитическое и экспериментальное подтверждение показывает возможность картографирования модуля упругости (E) и приведенного значения твердости (H/E^2) с субмикронным пространственным разрешением в процессе сканирования поверхности твердого материала пьезорезонансным зондом. Такая возможность продемонстрирована для материалов с модулем упругости более 5 ГПа и твердостью большей 0,2 ГПа.

Возможность неразрушающего сканирования поверхности резонансным зондом определяется произведением сдвига резонансной частоты на значение амплитуды колебаний в степени $3/2$. Для устранения разрушения необходимо минимизировать данную величину.

Метод картографирования приведенной твердости (H/E^2) приводит к разрушению материала. Экспериментально показано, что для используемых пьезорезонансных зондов для материалов с твердостью 0.2 ГПа глубина деформируемого слоя не превышает 100 нм, а для материалов с твердостью 7 ГПа она меньше 2 нм.

Представленное аналитическое рассмотрение режима токовых измерений приводит к ряду функциональных зависимостей измеряемых величин, позволяющих количественно определять величину удельного 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 чувствительного зонда. Она стала существенным шагом на пути создания полного описания работы сканирующего зондового микроскопа-нанотвердомера, использующего в качестве зонда резонансный датчик с автоколебательным режимом возбуждения колебаний и независимым контролем силы прижима, частоты и амплитуды колебаний алмазного индентора, установленного на зонде.

Список литературы

1. Applied Scanning Probe Methods V: Scanning Probe Microscopy Techniques / ed. Bhushan B., Fuchs H., Kawata S. Berlin: Springer, 2007. 344 p.
2. Sarid D. Exploring Scanning Probe Microscopy with Mathematica. Wiley-VCH, 2007. 310 p.
3. Cappella B., Dietler G. Force-distance curves by atomic force microscopy // Surf. Sci. Rep. 1999. Vol. 34, № 1-3. P. 1–104.
4. Boussinesq J. Application des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques // Gauthier-Villars. 1885.
5. Hertz H. Über die Berührung fester elastischer Körper. // J. für die reine und Angew. Math. 1881. Vol. 92. P. 156–171.
6. Sneddon I. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq problem for a punch of arbitrary profile // Int. J. Eng. Sci. 1965. Vol. 3, № 638. P. 47–57.
7. Akhremitchev B.B., Walker G.C. Finite Sample Thickness Effects on Elasticity Determination Using Atomic Force Microscopy // Langmuir. 1999. Vol. 15, № 17. P. 5630–5634.
8. Pharr G.M., Oliver W.C., Brotzen F.R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation // J. Mater. Res. 1992. Vol. 7, № 03. P. 613–617.
9. Johnson K. Contact mechanics. Cambridge University Press, 1987. 453 p.
10. Fischer-Cripps. Introduction to Contact Mechanics. 2nd ed. Springer, 2007. 226 p.
11. Mie G. Zur kinetischen Theorie der einatomigen Körper // Ann. Phys. WILEY-VCH Verlag, 1903. Vol. 316, № 8. P. 657–697.
12. Israelachvili J.N. Intermolecular and surface forces. second edi. London: Academic Press, 1991. 450 p.
13. Bradley R. The cohesive force between solid surfaces and the surface energy of solids // Philos. Mag. Ser. 7. 1932. Vol. 13, № 86. P. 853–862.
14. Derjaguin B. Untersuchungen über die Reibung und Adhäsion, IV // Kolloid-Zeitschrift. Springer-Verlag, 1934. Vol. 69, № 2. P. 155–164.
15. Krupp H. Particle adhesion, theory and experiment // Adv. Colloid Interface Sci. 1967. Vol. 1, № 2. P. 111–239.
16. Derjaguin B.V., Muller V.M., Toporov Y.P. Effect of contact deformations on the adhesion of particles // J. Colloid Interface Sci. 1975. Vol. 53, № 2. P. 314–326.
17. Muller V.M., Yushchenko V.S., Derjaguin B.V. On the influence of molecular forces on the deformation of an elastic sphere and its sticking to a rigid plane // J. Colloid Interface Sci. 1980. Vol. 77, № 1. P. 91–101.
18. Muller V., Derjaguin B., Toporov Y. On two methods of calculation of the force of sticking of an elastic sphere to a rigid plane // Colloids and Surfaces. 1983. Vol. 7. P. 251–259.
19. Tabor D. Surface forces and surface interactions // J. Colloid Interface Sci. 1977. Vol. 58, № 1. P. 2–13.

20. Johnson K.L., Kendall K., Roberts a. D. Surface Energy and the Contact of Elastic Solids // Proc. R. Soc. A Math. Phys. Eng. Sci. 1971. Vol. 324, № 1558. P. 301–313.
21. Maugis D. Adhesion of spheres: the JKR-DMT transition using a Dugdale model // J. Colloid Interface Sci. 1992. Vol. 150, № 1.
22. Lowengrub M., Sneddon I. The distribution of stress in the vicinity of an external crack in an infinite elastic solid // Int. J. Eng. Sci. 1965. Vol. 3. P. 451–460.
23. Dugdale D. Yielding of steel sheets containing slits // J. Mech. Phys. Solids. 1960. Vol. 8, № 2. P. 100–104.
24. Griffith A.A. The Phenomena of Rupture and Flow in Solids // Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences. 1921. Vol. 221, № 582-593. P. 163–198.
25. Shi X., Zhao Y. Comparison of various adhesion contact theories and the influence of dimensionless load parameter // J. Adhes. Sci. Technol. 2004. № March 2013. P. 37–41.
26. Barenblatt G.I. The Mathematical Theory of Equilibrium Cracks in Brittle Fracture // Adv. Appl. Mech. / ed. H.L. Dryden Th. von Kármán G.K.F.H. van den D., Howarth L. Elsevier, 1962. Vol. 7. P. 55–129.
27. Greenwood J.A. On the DMT theory // Tribol. Lett. 2007. Vol. 26, № 3. P. 203–211.
28. Johnson K., Greenwood J. An adhesion map for the contact of elastic spheres // J. Colloid Interface Sci. 1997.
29. Kesari H. Mechanics of Hysteretic Adhesive Elastic Mechanical Contact Between Rough Surfaces. Stanford University, 2011.
30. Oliver W.C., Pharr G.M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology // J. Mater. Res. 2004. Vol. 19, № 1. P. 3–20.
31. Fischer-Cripps A.C. Nanoindentation. New York: Springer-Verlag, 2011.
32. Булычев С.И., Алехин В.П., Шоршоров М.Х., Терновский А.П., Г.Д. Ш. Определение модуля Юнга по диаграмме вдавливания индентора // Заводская лаборатория. 1975. Vol. 41, № 9. 1137–1140 с.
33. Pharr G.M., Bolshakov A. Understanding nanoindentation unloading curves // J. Mater. Res. 2002. Vol. 17, № 10. 2660–2671 с.
34. Zitzler L., Herminghaus S., Mugele F. Capillary forces in tapping mode atomic force microscopy // Phys. Rev. B. 2002. Vol. 66, № 15. P. 1–8.
35. Willett C.D., Adams M.J., Johnson S.A., Seville J.P.K. Capillary Bridges between Two Spherical Bodies. 2000. № 10. P. 9396–9405.
36. Cleveland J.P., Anczykowski B., Schmid A.E., Elings V.B. Energy dissipation in tapping-mode atomic force microscopy // Appl. Phys. Lett. 1998. Vol. 72, № 20.
37. Hashemi N., Paul M.R., Dankowicz H., Lee M., Jhe W. The dissipated power in atomic force microscopy due to interactions with a capillary fluid layer // J. Appl. Phys. 2008. Vol. 104, № 6. P. 063518.
38. Maeda N., Israelachvili J.N., Kohonen M.M. Evaporation and instabilities of microscopic capillary bridges. // Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A. 2003. Vol. 100, № 3. P. 803–808.

39. Schenk M., Futing M., Reichelt R. Direct visualization of the dynamic behavior of a water meniscus by scanning electron microscopy // *J. Appl. Phys.* 1998.
40. Men Y., Zhang X., Wang W. Rupture kinetics of liquid bridges during a pulling process: a kinetic density functional theory study. // *J. Chem. Phys.* 2011. Vol. 134, № 12. P. 124704.
41. Jang J., Schatz G., Ratner M. Liquid meniscus condensation in dip-pen nanolithography // *J. Chem. Phys.* 2002.
42. Beaglehole D., Christenson H.K. Vapor Adsorption on Mica and Silicon: Entropy Effects, Layering, and Surface Forces. 1992. № 14. P. 3395–3403.
43. Eichhorn K., Forker W. The properties of oxide and water films formed during the atmospheric exposure of iron and low alloy steels // *Corros. Sci.* 1988. Vol. 28, № 8. P. 745–758.
44. Ландау Л.Д., Лифшиц Е.М. Теоретическая физика: Учеб. пособ.: Для вузов. В 10 т. Гидродинамика. 5th ed. Москва: Физматлит, 2001. 736 с.
45. Stachowiak G.W., Batchelor A.W. *Engineering Tribology*. 3rd ed. Butterworth-Heinemann. 832 p.
46. Слѣзкин Н.А. Динамика вязкой несжимаемой жидкости. Москва: Государственное издательство научно-теоретической литературы, 1955. 521 с.
47. Green C.P., Sader J.E. Small amplitude oscillations of a thin beam immersed in a viscous fluid near a solid surface // *Phys. Fluids*. 2005. Vol. 17, № 7. P. -.
48. Vinogradova O.I., Butt H.-J., Yakubov G.E., Feuillebois F. Dynamic effects on force measurements. I. Viscous drag on the atomic force microscope cantilever // *Rev. Sci. Instrum.* 2001. Vol. 72, № 5. P. 2330.
49. Vinogradova O., Yakubov G. Dynamic effects on force measurements. 2. Lubrication and the atomic force microscope // *Langmuir*. 2003. № 17. P. 1227–1234.
50. Barnocky G., Davis R.H. The effect of Maxwell slip on the aerodynamic collision and rebound of spherical particles // *J. Colloid Interface Sci.* 1988. Vol. 121, № 1. P. 226–239.
51. Cox R.G., Brenner H. Effect of finite boundaries on the Stokes resistance of an arbitrary particle Part 3. Translation and rotation // *J. Fluid Mech.* 1967. Vol. 28, № 02. P. 391.
52. Leighton D. Measurement of the hydrodynamic surface roughness of non-colloidal sphere // *Bull. Am. Phys. Soc.* 1986. Vol. 31. P. 1713.
53. Lauga E., Brenner M., Stone H. Microfluidics: the no-slip boundary condition // *arXiv Prepr. cond-mat/0501557*. 2005. № 2005.
54. Vinogradova O. Drainage of a thin liquid film confined between hydrophobic surfaces // *Langmuir*. 1995. Vol. 11, № 6. P. 2213–2220.
55. Hocking L. The effect of slip on the motion of a sphere close to a wall and of two adjacent spheres // *J. Eng. Math.* 1973. Vol. 7, № 3. P. 207–221.
56. Phan-Thien N. *Understanding viscoelasticity*. Berlin: Springer- Verlag Berlin Heidelberg, 2002. 426 p.
57. Meyer O. Theorie der elastischen Nachwirkung // *Ann. Phys.* 1874.
58. Malkin A. *Rheology fundamentals*. ChemTec Publishing, 1994.
59. Haddad Y. *Viscoelasticity of engineering materials*. London: Chapman & Hall, 1995. 378 p.

60. Vandamme M., Ulm F.-J. Viscoelastic solutions for conical indentation // *Int. J. Solids Struct.* 2006. Vol. 43, № 10. P. 3142–3165.
61. Lee E. Stress analysis in viscoelastic bodies // *Quart. Appl. Math.* 1955.
62. Findley W., Lai J., Onaran K. Creep and relaxation of nonlinear viscoelastic materials: with an introduction to linear viscoelasticity. 1976.
63. Lee E., Radok J. The contact problem for viscoelastic bodies // *J. Appl. Mech.* 1960. P. 438–444.
64. Radok J. Visco-elastic stress analysis // *Q. Appl. Math.* 1957. Vol. 15. P. 198–202.
65. Ting T. The contact stresses between a rigid indenter and a viscoelastic half-space // *J. Appl. Mech.* 1966. Vol. 4. P. 45–54.
66. Ting T. Contact problems in the linear theory of viscoelasticity // *J. Appl. Mech.* 1968.
67. Graham G. The contact problem in the linear theory of viscoelasticity when the time dependent contact area has any number of maxima and minima // *Int. J. Eng. Sci.* 1967. Vol. 5.
68. Li L.-Y., Wu C.-Y., Thornton C. A theoretical model for the contact of elastoplastic bodies // *Proc. Inst. Mech. Eng. Part C J. Mech. Eng. Sci.* 2001. Vol. 216, № 4. P. 421–431.
69. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. 2005. 110 с.
70. Giessibl F. Forces and frequency shifts in atomic-resolution dynamic-force microscopy // *Phys. Rev. B.* 1997. Vol. 56, № 24. P. 10–15.
71. Giessibl F.J. Advances in atomic force microscopy // *Rev. Mod. Phys. American Physical Society*, 2003. Vol. 75, № 3. P. 949–983.
72. Durig U. Relations between interaction force and frequency shift in large-amplitude dynamic force microscopy // *Appl. Phys. Lett.* 1999. Vol. 433, № May. P. 1–4.
73. Bielefeldt H., Giessibl F.J. A simplified but intuitive analytical model for intermittent-contact-mode force microscopy based on Hertzian mechanics // *Surf. Sci.* 1999. Vol. 440, № 3. P. L863–L867.
74. Giessibl F.F.J., Bielefeldt H. Physical interpretation of frequency-modulation atomic force microscopy // *Phys. Rev. B. American Physical Society*, 2000. Vol. 61, № 15. P. 9968–9971.
75. Schneiderbauer M., Wastl D., Giessibl F.J. qPlus magnetic force microscopy in frequency-modulation mode with millihertz resolution. // *Beilstein J. Nanotechnol.* 2012. Vol. 3. P. 174–178.
76. Barbakadze N., Enders S., Gorb S., Arzt E. Local mechanical properties of the head articulation cuticle in the beetle *Pachnoda marginata* (Coleoptera, Scarabaeidae). // *J. Exp. Biol.* 2006. Vol. 209, № Pt 4. P. 722–730.
77. LVDT Basics. URL: http://www.macrosensors.com/lvdt_tutorial.html (дата обращения 12.04.2016).
78. Leroux P. Material testing apparatus with non-contact sensor (US 8281648 B2). 2008.
79. Gogolinskii K.V., Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S. A multipurpose probe sensor for scanning nanohardness testers // *Instruments Exp. Tech.* 2013. Vol. 56, № 5. P. 576–583.
80. Li X., Bhushan B. A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications // *Mater. Charact.* 2002. Vol. 48, № 1. P. 11–36.

81. Agilent Continuous Stiffness Measurement (CSM) Option Data Sheet. URL: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5990-4183EN.pdf> (дата обращения 12.04.2016).
82. Syed Asif S.A., Wahl K.J., Colton R.J. Nanoindentation and contact stiffness measurement using force modulation with a capacitive load-displacement transducer // *Rev. Sci. Instrum.* 1999. Vol. 70, № 1999. P. 2408.
83. Pittenger B. *HarmoniX TM Microscopy for Materials Characterization*, Veeco Application Note. P. 1–6.
84. Sahin O., Erina N. High-resolution and large dynamic range nanomechanical mapping in tapping-mode atomic force microscopy. // *Nanotechnology*. 2008. Vol. 19, № 44. P. 445717.
85. Pittenger B., Su C. Quantitative mechanical property mapping at the nanoscale with PeakForce QNM // *Appl. Note Veeco Instruments Inc* URL: <http://www.bruker.co.jp/axs/nano/imgs/pdf/AN128.pdf> (дата обращения 12.04.2016).
86. Dokukin M.E., Sokolov I. Quantitative mapping of the elastic modulus of soft materials with *HarmoniX* and *PeakForce QNM* AFM modes. // *Langmuir*. 2012. Vol. 28, № 46. P. 16060–16071.
87. Syed Asif S.A., Wahl K.J., Colton R.J., Warren O.L. Quantitative imaging of nanoscale mechanical properties using hybrid nanoindentation and force modulation // *J. Appl. Phys.* 2001. Vol. 90, № 3. P. 1192.
88. *Stiffness Mapping : a Dynamic Imaging Technique*. Application Note. URL: <http://cp.literature.agilent.com/litweb/pdf/5990-6329EN.pdf> (дата обращения 12.04.2016).
89. Frank S. *Innovations in Portable Hardness Testing*. URL: <http://www.ndt.net/article/v06n09/frank/frank.htm> (дата обращения 12.04.2016).
90. Kleesattel C., Gladwell G.M.L. The contact-impedance meter-3 // *Ultrasonics*. 1969. Vol. 7, № 1. P. 57–62.
91. *Hardness Testing : Principles and Applications*. / ed. Herrmann K. ASM International, 2011. 255 p.
92. Kleesattel C., Gladwell G.M.L. The contact - impedance meter-1 // *Ultrasonics*. 1968. Vol. 6, № 3. P. 175–180.
93. Gladwell G.M.L., Kleesattel C. The contact- impedance meter - 2 // *Ultrasonics*. 1968. Vol. 6, № 4. P. 244–251.
94. Малов В.В. Пьезорезонансные датчики. Москва: Энергоатомиздат, 1989. 272 с.
95. Boocock B.D., Maundert L. Vibration of a symmetric tuning-fork // *J. Mech. Eng. Sci.* 1969. Vol. 11, № 4. P. 364–375.
96. Morita S., Wiesendanger R., Meyer E. *Noncontact Atomic Force Microscopy* // *Noncontact Atomic Force Microscopy*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2002. Vol. 2. P. 440.
97. Rossing T.D., Russell D.A., Brown D.E. On the acoustics of tuning forks // *American Journal of Physics*. 1992. Vol. 60, № 7. P. 620.
98. Friedt J.-M., Carry E. Introduction to the quartz tuning fork // *Am. J. Phys.* 2007. Vol. 75, № 5. P. 415.
99. Ballas R.G. *Piezoelectric Multilayer Beam Bending Actuators*. Berlin: Springer, 2006.

100. Springer Handbook of Nanotechnology / ed. Bhushan B. 2010. 1577 p.
101. Анищенко В.С., Астахов В.В., Вадивасова Т.Е. Регулярные и хаотические автоколебания. Синхронизация и влияние флуктуаций. М.: Интеллект, 2009. 312 p.
102. Hölscher H., Gotsmann B., Allers W., Schwarz U., Fuchs H., Wiesendanger R. Measurement of conservative and dissipative tip-sample interaction forces with a dynamic force microscope using the frequency modulation technique // *Phys. Rev. B*. 2001. Vol. 64, № 7. P. 1–6.
103. Пьезокерамические материалы и элементы. URL: http://www.elpapiezo.ru/Catalogs/Catalog_of_piezoceramic.pdf (дата обращения 12.04.2016).
104. Богуш М.В. Проектирование пьезоэлектрических датчиков на основе пространственных электротермоупругих моделей. Москва: Техносфера, 2014. 312 с. + 12 с. цв.вкл р.
105. Useinov A. A Nanoindentation Method for Measuring the Young Modulus of Superhard Materials Using a NanoScan Scanning Probe Microscope // *Instruments Exp. Tech.* 2004.
106. Maslenikov I.I., Reshetov V.N., Useinov A.S. Mapping the Elastic Modulus of a Surface with a NanoScan 3D // *Instruments Exp. Tech.* 2015. Vol. 58, № 5. P. 711–717.
107. Shimamoto A., Tanaka K., Akiyama Y., Yoshizaki H. Nanoindentation of glass with a tip-truncated Berkovich indenter // *Philos. Mag. A*. 1996. Vol. 74, № 5. P. 1097–1105.
108. Sawa T., Akiyama Y., Shimamoto A., Tanaka K. Nanoindentation of a 10 nm thick thin film // *J. Mater. Res.* 1999. Vol. 14, № 6. P. 4–8.
109. 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.
110. Lawn B.R., Howes V.R. Elastic recovery at hardness indentations // *J. Mater. Sci.* 1981. Vol. 16. P. 2745–2752.
111. Slade P. *Electrical Contacts: Principles and Applications*. New York: CRC Press, 1999. 1104 p.
112. 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.
113. Maslenikov I.I., Reshetov N. V. Resonance Oscillation Damping of a Scanning Microscope Probe by a Near Surface Viscous Liquid Layer // *Acoust. Phys.* 2016. Vol. 62, № 3. P. 392–397.
114. http://www.engineeringtoolbox.com/dynamic-viscosity-motor-oils-d_1759.html.
115. Deladi E., Rooij M. De, Schipper D. Modelling of static friction in rubber–metal contact // *Tribol. Int.* 2007. Vol. 40, № 4. P. 588–594.
116. Tabor D. *The Hardness of Metals*. Oxford: Clarendon Press, 1951. 102 p.
117. Zhang P., Li S.X., Zhang Z.F. General relationship between strength and hardness // *Mater. Sci. Eng. A*. 2011. Vol. 529. P. 62–73.
118. Korol'kov V.P., Konchenko S.A. Spectrophotometric method for measuring the groove depth of calibration reflection gratings // *Optoelectron. Instrum. Data Process.* Allerton Press, Inc., 2012. Vol. 48, № 2. P. 211–217.
119. Gogolinskii K.V., Gubskii K.L., Kuznetsov A.P., Reshetov V.N., Maslenikov I.I., Golubev S.S., Lysenko V.G., Rummyantsev S.I. Investigation of the metrological characteristics of a scanning

- probe measuring microscope using TGZ type calibration gratings // Meas. Tech. Springer, 2012. Vol. 55, № 4. P. 1–6.
120. Test structures TGXYZ series. URL: <http://www.spmtips.com/test-structures-TGXYZ-series.html> (дата обращения 12.04.2016).
 121. TGZ2 URL: <http://www.ntmdt-tips.com/products/view/tgz2> (дата обращения 12.04.2016).
 122. Nadim M., Williams K. An Introduction to Microelectromechanical Systems Engineering. Artech House, 2000. 265 p.
 123. Zhou Z., Wang Z., Lin L. Microsystems and nanotechnology // Microsystems and Nanotechnology. Springer, 2012. 1004 p.