

ОТЗЫВ

официального оппонента Головина Юрия Ивановича на диссертацию Масленикова Игоря Игоревича

ФИЗИЧЕСКИЕ МОДЕЛИ РАБОТЫ СКАНИРУЮЩИХ НАНОТВЕРДОМЕРОВ,

представленную на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук
по специальности 01.04.07 — Физика конденсированного состояния

Хорошо известно, что физико-механические свойства материалов в суб-микро- и нанообъемах, тонких слоях и пленках, покрытиях и других наноструктурных объектах могут значительно отличаться от макроскопических в том же материале вследствие проявления размерных эффектов различной природы. Кроме того, круг материалов и изделий с наноразмерными структурными компонентами непрерывно расширяется. Для исследования наномеханических характеристик материалов и отдельных наноразмерных компонентов предложено несколько экспериментальных подходов, реализованных в коммерческом и оригинальном оборудовании. В частности, большое распространение получили наноиндентометры и нанотестеры с более широким набором функций. Они используют прецизионное непрерывное вдавливание хорошо аттестованного алмазного зонда в поверхность объекта и его латеральное перемещение с синхронным измерением нормальной и латеральной силы и глубины погружения зонда. Несмотря на то, что разработано несколько моделей процесса локальной деформации и методов обработки первичных данных (в частности, широко используемый метод Оливера-Фарра, вошедший в международные и отечественные стандарты), полная теория процесса взаимодействия зонда нанометрового радиуса кривизны и поверхности испытываемого материала отсутствует.

Диссертационная работа Масленикова Игоря Игоревича посвящена разработке теоретического обоснования измерительных возможностей сканирующих нанотвердомеров с резонансным зондовым датчиком. Основное внимание в ней уделено созданию физических моделей процессов, происходящих при контакте острия зонда с поверхностью образца, позволяющих измерять ряд наномеханических свойства материалов в различных режимах работы прибора. Основные результаты диссертации, обуславливающие ее актуальность и новизну, связаны с возможностью изучения размерных эффектов в физике прочности и пластичности и расширения набора функций наноиндентометров. Это позволит более широко и более информативно использовать нанотестеры для определения физико-механических свойств конструкционных, сверхтвердых и мягких биологических материалов (в том числе, наноструктурированных), тонких

функциональных покрытий, микро-/нано- механоэлектрических устройств (МЭМС/НЭМС).

Работа носит преимущественно теоретический характер, при этом содержит достаточно много экспериментальных исследований, подтверждающих полученные аналитические зависимости.

Диссертация имеет объем – 200 страниц, содержит введение, семь глав и заключение. Список цитированной литературы насчитывает 123 наименования.

Введение посвящено описанию актуальности диссертации, степени разработанности проблемы, целей и задач работы. В нем также содержится описание предмета и объекта исследования, методологической и теоретической базы исследования, научной новизны и практической значимости полученных результатов; приводятся положения, выносимые на защиту и информация по соответствию диссертации паспорту специальности. Также данный раздел содержит информацию о достоверности и обоснованности полученных результатов, сведения об апробации работы, список публикаций, описание личного вклада автора и роль соавторов в работе.

Первая глава содержит обзор различных сил взаимодействия индентора с поверхностью: упругих, пластических, адгезионных, капиллярных, вязких, вязко-упругих. Кроме того, в данной главе приведены сведения о существующих моделях, описывающих сдвиг частоты резонансного зонда при контакте с поверхностью его острия.

Во второй главе обсуждаются принципы работы и элементы конструкций наиболее популярных нанотвердомеров, особое внимание уделено зондам приборов «НаноСкан-3D» оригинальной конструкции, приводится информация по динамическим методам измерения твердости и модуля Юнга.

Третья глава посвящена описанию работы пьезокерамического биморфного зонда в составе автогенераторного тракта. В результате рассмотрения выводится нелинейное дифференциальное уравнение второго порядка, учитывающее особенности электронного тракта самовозбуждения. На основе полученных выражений делаются выводы о скорости реагирования системы и находится стационарное решение: зависимость амплитуды и частоты резонансных колебаний от потерь и упругих сил, возникающих при контакте острия зонда с поверхностью образца.

Четвертая глава посвящена моделям, описывающим сдвиг резонансной частоты при контакте острия зонда с поверхностью образца, обладающего упругими и упруго-пластическими свойствами. В случае упругого контакта выводятся уравнения, связывающие амплитуду, сдвиг частоты, амплитуду и среднюю силу с модулем упругости, причем рассматриваются инденторы различной формы. В случае упруго-пластического контакта приводится соотношение,

связывающее среднюю силу и сдвиг частоты с отношением твердости к квадрату модуля упругости в области контакта. Приведенные соотношения подтверждаются экспериментальными результатами, полученными в режиме сканирования исследуемой поверхности.

В Пятой главе рассматривает протекание тока через область контакта проводящего образца с проводящим индентором. Приводится ряд соотношений, позволяющих измерять удельное сопротивление материала в ходе снятия кривых подвода, индентирования и латерального сканирования поверхности образца. Наиболее важным результатом, продемонстрированным в данной главе, является возможность исключения детальной информации о форме острия индентора и радиусе его кривизны при регистрации комплекса физических величин, заменяемой поданным напряжением, величиной протекающего через наноконтакт тока, сдвигом резонансной частоты механических осцилляций зонда и усилием прижима индентора к поверхности.

Шестая глава посвящена анализу различных сил и явлений, происходящих в области контакта, и приводящих к падению амплитуды механических колебаний зонда. Показано что наиболее существенное влияние демпфирование оказывают пластическая деформация в области контакта и вязкие силы, в случае наличия жидкости на поверхности образца.

В седьмой главе представлены результаты экспериментальной проверки методик измерения модуля упругости и отношения твердости к квадрату модуля упругости на различных образцах, полученные в ходе сканирования формы поверхности. Приведен критерий, связанный со сдвигом резонансной частоты зонда и позволяющий разграничить области, где доминируют различные механизмы деформации поверхности.

Заключение содержит выводы и краткое описание основных результатов, полученных в диссертационной работе.

Основной целью диссертации являлась разработка методов и физическое обоснование возможности измерения твердости, модуля упругости и удельной проводимости твердых тел при помощи острого зонда с пьезокерамическим актуатором, в том числе в процессе латерального сканирования поверхности.

Актуальность темы диссертации определяется важностью изучения физико-механических свойств в нанопорядке как традиционных, так и новых материалов, что в частности осуществляется при помощи нанотвердомеров, допускающих работу в автогенераторном режиме. Интерпретация данных, получаемых с данных устройств, требует создания новых и уточнение существующих моделей физических процессов, происходящих в области контакта и в схеме возбуждения автоколебаний. Особо важной данная диссертация представляет для разработчиков отечественных, импортозамещающих приборов «НаноСкан», использующих пьезорезонансные зонды.

Основные положения и результаты диссертации заключаются в:

а) разработке физических моделей, связывающих электрические, упругие, а также вязко-упругие и пластические свойства области контакта с резонансной частотой колебаний зонда, амплитудой его колебаний, средней за период контактной силой и током, протекающим через область контакта при электрических измерениях;

б) экспериментальном и теоретическом подтверждении возможности измерения таких механических характеристик образца как модуль Юнга и приведенная твердость (H/E^2) во время латерального сканирования его поверхности.

Достоверность основных положений и результатов диссертации обеспечивается верификацией представленных результатов при помощи экспериментальной проверки на тестовых и эталонных структурах. Кроме того, все значимые результаты опубликованы в рецензируемых журналах и докладывались на международных конференциях.

В качестве научной новизны диссертации прежде всего следует отметить новые аналитические модели, в том числе уравнения, связывающие параметры резонансных колебаний зонда с индентором в форме усеченного конуса с модулем упругости образца, соотношения, связывающие отношение твердости к квадрату модуля упругости со средней силой и сдвигом резонансной частоты колебаний зонда, новые формулы для режима токовых измерений.

Содержание диссертации в достаточной степени отражено в опубликованных автором работах, а также представлено на научных конференциях. Следует отметить высокий уровень публикаций по теме диссертации, большинство из которых индексируются в системах Scopus, Web of Science.

Автореферат включает основные научные положения диссертации, соответствует ее содержанию и адекватно отражает проделанную работу.

Вместе с тем, изложение результатов диссертационной работы И.И. Масленниковым оставляет ряд неясностей и вопросов:

1. Положения, выносимые на защиту, кажутся сформулированными недостаточно конкретно. Они больше напоминают заголовки разделов проделанной работы. В трех из пяти из них употребляется такая конструкция: «Физические модели, связывающие между собой» ... такие-то характеристики с такими-то. Хотелось бы знать, насколько они универсальны и инвариантны по отношению к пластическим и вязкоупругим свойствам? для каких классов материалов справедливы, в каком приближении построены? чем пренебрегалось? Каков ход этих зависимостей? Каковы границы применимости?

2. Нигде не приводятся сравнения предложенных методов и моделей определения физико-механических свойств с известными родственными по духу и исполнению методами – CSM (Continuous Stiffness Measurement), DMA (Dynamic Mechanical Analysis), контактной и квазиконтактной модой (tapping mode) атомно-силовой микроскопии. В чем их различия, особенности, преимущества и недостатки предложенных подходов? Точно так же не дается сравнения стандартных механических характеристик, извлекаемых предложенными методами (модуль Юнга, твердость, контактная жесткость и др.), с широко распространенной методикой Оливера-Фарра, вошедшей в международные стандарты ISO и отечественные ГОСТы.
3. Утверждения типа «модели получили экспериментальное подтверждение» нуждаются в уточнениях: с какой точностью, для каких материалов? в каком диапазоне переменных? в каких условиях испытаний? Подобные вопросы возникают на протяжении всей диссертации. Так, на рисунке 4.19а приводятся данные о твердости плавленого кварца, полученные предлагаемыми методами, где при малых глубинах погружения индентора её величина, по данным автора, достигает 14 ГПа, при глубине 10-15 нм она падает до 4-5 ГПа и лишь при погружении на глубину 40-50 нм приходит к своему общепринятому значению 9 ГПа. Хорошо известно, что в плавленом кварце отсутствуют размерные механические эффекты (по крайней мере, начиная от единиц нанометров и до макро-размеров), поэтому он и используется в качестве эталонного материала для калибровки наноиндентометров. Такие расхождения, безусловно, требуют коррекции предлагаемой методики, которая в конечном итоге должна давать для кварца стандартное значение твердости 9 ГПа с точностью, по крайней мере, не хуже, чем у существующих методов (3-5%) во всем диапазоне глубин погружения индентора.
4. Нигде не упоминается и не проводится различий между материалами, демонстрирующими размерные эффекты в механических свойствах, в частности, в твердости (ISE – Indentation Size Effect) и не имеющими таковых. Очевидно, что для этих двух категорий материалов модели должны существенно различаться.

По диссертации имеются и менее принципиальные, скорее, технические замечания:

1. Несмотря на то, что при выполнении работы проведен большой объем теоретических и экспериментальных изысканий и получено много интересных результатов, в тексте практически нет никаких

конкретных рекомендаций по части возможных усовершенствований приборов для наноиндентирования и расширению области использования пьезорезонансных зондов и автогенераторных методов возбуждения колебаний в сканирующей зондовой микроскопии и наноиндентировании. Также отсутствуют какие-либо метрологические характеристики и оценки предлагаемых методов.

2. Некоторые утверждения иначе как курьёзными трудно назвать. Так, на странице 20 сообщается, что «Все сканирующие зондовые микроскопы относятся к приборам контактного типа», в то время как большинство из них как раз относятся к бесконтактным (туннельные, ближкополевые оптические, значительное количество мод атомно-силовых, магнитно-силовые и др.).

Точно так же экстремистски сформулировано, что «частота автоколебаний мгновенно реагирует на изменение резонансных свойств зонда». Совершенно очевидно, что в любой системе, а тем более резонансной, переходный процесс займет какое-то время и никакие «мгновенные» изменения в ней невозможны.

3. В тексте диссертации имеются различные технические погрешности:

-разные величины обозначены одними и теми же буквами: так например символ A в формуле (1.22) обозначает произвольную константу, в формуле (1.126) и ниже – амплитуду; символом β в формуле (1.92) обозначена величина обратная удвоенному радиусу кривизны кончика зонда и тем же символом в (3.51) обозначен параметр, определенный совокупностью геометрических и пьезоэлектрических характеристик зонда и т.д.

-теоретические графики зависимости сдвига резонансной частоты от условий контактирования зонда с поверхностью представлены в функции от координаты z_0/A (см., например, 4.15), в то время как экспериментальные данные представлены в функции от глубины h (см., например, 7.14), что усложняет понимание представленных результатов.

4. Также нельзя не отметить большое количество опечаток, синтаксических и стилистических погрешностей в тексте диссертации.

Сделанные замечания не снижают научную и практическую ценность диссертации, не влияют на достоверность полученных в ней результатов и не сказываются на общей положительной оценке диссертационной работы Масленникова И.И.

Данная диссертационная работа является законченной научно-исследовательской работой, полученные результаты актуальны и обладают научной новизной. Судя по публикациям и тексту диссертации, она выполнена

самостоятельно, а соискатель является вполне сформировавшимся научным работником. По значимости полученных результатов и уровню проведенных исследований диссертации соответствует требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней» предъявляемым к кандидатским диссертациям и паспорту специальности 01.04.07.

Считаю, что Маслеников Игорь Игоревич за комплексное исследование процессов, сопровождающих работу пьезорезонансных зондов в составе сканирующих нанотвердомеров и физическое обоснование ряда новых измерительных методик механических свойств твердых материалов заслуживает присуждения ему степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 — Физика конденсированного состояния.

Официальный оппонент:

Заслуженный деятель науки РФ,

доктор физико-математических наук, профессор,

директор Научно-исследовательского Института

«Нанотехнологии и наноматериалы»

ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный университет

имени Г.Р. Державина»

Ю.И. Головин

16 сентября 2016 г.

Подпись Головина Юрия Ивановича удостоверяю



392000 г. Тамбов, Защитный переулок,

Научно-исследовательский институт

«Нанотехнологии и наноматериалы»

ФГБОУ ВО «Тамбовский государственный университет

имени Г.Р. Державина»

Тел.: +7 (4752) 53-26-80; e-mail: nano@tsutmb.ru

