

Динамический метод наноиндентирования

В. В. МЕЩЕРЯКОВ^{1,2}, В. В. МАСЛЕННИКОВ¹, Э. В. МЕЛЕКЕСОВ²

¹Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», Москва, Россия

²Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов,
г. Троицк, Россия, e-mail: mvv_box@bk.ru

Предложен новый динамический метод измерения локального значения твёрдости и контактной жёсткости в наномасштабном диапазоне с использованием зонда в режиме автоколебаний на частоте собственного резонанса. Показана возможность измерения силы контактного взаимодействия зонда с образцом в диапазоне от десяти до нескольких сотен микроныютонов по сдвигу частоты собственного резонанса зонда при разрешении до сотни наноныютонов. Достоинством метода является отсутствие дрейфовой составляющей измерительного сигнала на временном интервале испытательного цикла. Это обеспечивает работоспособность метода без специальных условий вибро- и термоизоляции, необходимых при инструментальном индентировании.

Ключевые слова: нанотвёрдость, жёсткость, инструментальное индентирование, модуль Юнга, частота собственного резонанса зонда.

A new dynamic method for measuring the local value of hardness and stiffness of the contact at the nanoscale, which provides comparable values in terms of accuracy with "static" method of instrumental indentation at greatly reduced demands on the vibration and thermal insulation of the measuring head is proposed. The main idea is to use a probe in the self-oscillation mode on the eigenfrequency. The article describes the possibility of measuring the force of contact interaction of the probe with the sample in the range of up to mN units by shift of eigenfrequency of probe that provides a force value resolution to hundreds nN.

Key words: nanohardness, stiffness, instrumental indentation, Young's modulus, the resonant eigenfrequency of probe.

Основным методом исследования физико-механических свойств материалов в приповерхностном слое в нанодиапазоне глубины вдавливания наконечника зонда является инструментальное индентирование, широко распространённое для измерений локального значения твёрдости и модуля Юнга [1, 2]. Множество работ посвящено развитию методов анализа статических характеристик нагружения–разгружения [3]. Известен также и динамический метод непрерывного измерения жёсткости – continuous stiffness measurement (CSM). При индентировании в задаваемый закон перемещения (или силы нагружения) включается дополнительная колебательная гармоническая составляющая малой амплитуды и измеряется реакция в виде силы контактного взаимодействия (или, соответственно, перемещения в контакте) [4]. Частота сигнала внешнего гармонического возбуждения значительно отличается от собственной резонансной частоты индентора, как правило, не превышающей 100 Гц.

Известно использование атомно-силового микроскопа (АСМ) в режиме силовой спектроскопии для измерения сил взаимодействия Ван-дер-Ваальса между иглой кантилевера и образцом [5–8]. Необходимым условием при этом является превышение жёсткости кантилевера над градиентом указанных сил на участке притягивания [8]. Однако увеличение жёсткости кантилевера приводит к снижению чувствительности. Значительную чувствительность АСМ в режиме силовой спектроскопии удастся обеспечить применением динамического метода измерений, при котором кантилевер возбуждается на частоте собственного резонанса. Сила взаимодействия между иглой кантилевера и образцом измеряется

по сдвигу частоты. В силовой спектроскопии часто используются кварцевые камертонные резонаторы с жёсткостью до 1800 Н/м. Диапазон значений силы взаимодействия в этом случае не превышает нескольких единиц наноныютонов [6].

В настоящей статье предложен метод измерения в нанодиапазонах твёрдости и контактной жёсткости, при котором в отличие от силовой спектроскопии диапазон измеряемых сил может достигать нескольких сотен микроныютонов. Основная идея, как и для динамического метода силовой спектроскопии, состоит в использовании зонда (в предложенном методе – балочного типа) в режиме автоколебаний на частоте собственного резонанса. Рассматриваемый метод в сравнении с методом инструментального индентирования позволяет значительно снизить требования к вибро- и термоизоляции измерительной головки. Одним из известных приборов, в котором через сдвиг резонансной частоты возможно измерение силы контактного взаимодействия, является сканирующий нанотвёрдомер «Наноскан-3D» с пьезокерамическим кантилевером [9]. Но динамическое индентирование в указанном приборе не реализовано, поскольку отсутствует режим удерживания амплитуды силы в автогенераторной схеме возбуждения зонда при нагружении, что приводит к быстрому срыву автоколебаний.

При взаимодействии зонда с образцом возникает сдвиг частоты f_0 собственного резонанса зонда [5]:

$$\Delta f = f' - f_0,$$

где $f_0 = \sqrt{k/m}/(2\pi)$; k – коэффициент упругости; m – эффективная масса модели зонда.

Сдвиг частоты собственного резонанса зонда в контакте с образцом можно представить как

$$\Delta f = f_0 \bar{k}_1 / (2k'),$$

где $k' = k + k_1$; $k_1 \ll k$ – коэффициент упругости вносимой жёсткости в модель, описывающую взаимодействие зонда с образцом; $\bar{k}_1$ – среднее значение этого коэффициента.

В результате, информацию о силе взаимодействия зонда с образцом можно получить не только по сигналу ёмкостного датчика силы, но и по сдвигу частоты автоколебаний зонда при контакте с образцом, т. е. выходному сигналу частотного детектора [5]. Значение сдвига частоты собственного резонанса зонда при его контакте с поверхностью образца используется при сканировании в динамическом режиме с контролем частоты в полуконтактном режиме (tapping mode) [6, 9, 10]. В этом режиме обеспечивается наиболее точное контролирование силы взаимодействия между иглой и образцом при сканировании. Используемые в этом случае кремниевые кантилеверы жёсткостью около 100 Н/м нельзя применять в качестве инденторов в силу хрупкости и малой жёсткости. Поэтому далее будем рассматривать резонансные зонды со значительно большей жёсткостью 10–100 кН/м.

Модели взаимодействия зонда с образцом традиционно имеют вид «линейных» пружин и эквивалентного груза массой, равной массе зонда [1, 4]. В данном случае механическая модель зонда, используемого в автоколебательном режиме, будет представлять совокупность упругих линейного и нелинейного элементов. Линейный элемент определяется силами внутри свободно колеблющейся балки, характеризующимися коэффициентом упругости k . Нелинейный элемент отвечает за контактное взаимодействие иглы зонда и образца и обладает коэффициентом упругости k_1 , увеличивающимся пропорционально глубине Δz контакта: $k_1 = \gamma \Delta z$, где γ – коэффициент пропорциональности.

Покажем, что сдвиг частоты собственного резонанса зонда пропорционален нелинейной составляющей силы контактного взаимодействия. Например, сила взаимодействия индентора, имеющего форму пирамиды Берковича, растёт пропорционально квадрату глубины проникновения в образец. В реальной ситуации уровень нелинейной составляющей силы значительно меньше по отношению к линейной составляющей для крайнего положения индентора при вдавливании.

Пусть с деформацией z зонда связана внутренняя сила $F_0 = -kz$, а при контакте с поверхностью – и консервативная сила $F_1 = -\gamma(z - z_0)^2$, где z_0 – координата начала контакта, т. е. в этом случае имеем $k_1 = \gamma(z - z_0)$. Тогда потенциальная энергия в крайнем положении при амплитуде A колебаний выражается в виде

$$E_n = kA^2 / 2 + \gamma(A - z_0)^3 / 3.$$

При этом кинетическую энергию зонда при прохождении равновесного состояния запишем как [11]: $E_k = mA^2 \omega^2 / 2$, где ω – круговая частота гармонических колебаний. Приравняем $E_k = E_n$ и получим

$$\omega = \left[\frac{k}{m} \left(1 + \frac{2\gamma(A - z_0)^3}{3kA^2} \right) \right]^{1/2} = \omega_0 \left[1 + \frac{2\gamma(A - z_0)^3}{3kA^2} \right]^{1/2} \approx \omega_0 \left[1 + \frac{\gamma(\Delta z)^3}{3kA^2} \right] = \omega_0 \left[1 + \frac{\Delta F_n \Delta z}{\Delta F_n A} \right],$$

отсюда относительный сдвиг резонансной частоты можно представить в виде

$$\delta\omega = \Delta F_n \Delta z / (3F_n A), \quad (1)$$

где F_n , F_n – нелинейная и линейная составляющие сил при глубине Δz контакта, т. е. $\delta\omega \sim \Delta F_n$.

Для получения закона изменения частоты собственного резонанса зонда при контактном взаимодействии с исследуемым образцом в зависимости от глубины проникновения можно использовать метод гармонической линеаризации – один из методов решения подобных задач для резонансных систем со слабой нелинейностью [12]. Важно отметить, что ограничение применения предлагаемого метода состоит не столько в соотношении амплитуды колебаний и глубины контакта, сколько в соотношении линейной составляющей силы в балке и нелинейной составляющей силы контактного взаимодействия. При коэффициенте жёсткости зонда, например, 30 кН/м и амплитуде колебаний зонда 100–800 нм возникают линейные составляющие силы до 25 мН. Сила контактного взаимодействия до момента срыва автоколебательного режима по крайней мере на порядок меньше и не превышает 1–2 мН.

Закон движения балки зонда можно представить в виде свободных псевдогармонических колебаний без затухания некоторой массы m , описываемых уравнением вида

$$m \frac{d^2 z}{dt^2} + p(z) = 0. \quad (2)$$

Зависимость $p(z)$ между упругой силой и перемещением по вертикальной оси z из уравнения (2) является нелинейной. Эта нелинейность достаточно слабая, поэтому можно предположить равенство

$$p(z) = kz + \Phi(z). \quad (3)$$

Функция $\Phi(z)$ из (3) определяет нелинейную силу взаимодействия пирамидальной иглы зонда с поверхностью. Эту функцию можно представить в виде квадратичной зависимости $\Phi(z) = -\gamma(z - h)^2$ при $A \geq z \geq h$; $\Phi(z) = 0$ при $z < h$, где h – пороговое значение отклонения зонда от положения покоя, при котором возникает контакт иглы с образцом.

В соответствии с методом гармонической линеаризации [12] в разложении Фурье функции $\Phi(z)$ при гармоническом колебании $z = A \cos \varphi$ с постоянной амплитудой A и равномерно вращающимся фазовым углом φ в случае

$$\Phi(A \cos \varphi) = \sum_{n=0}^{\infty} C_n(A) \cos(n\varphi)$$

найдем соответствующий основной частоте коэффициент C_1 по формуле

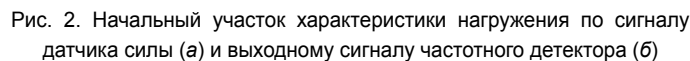
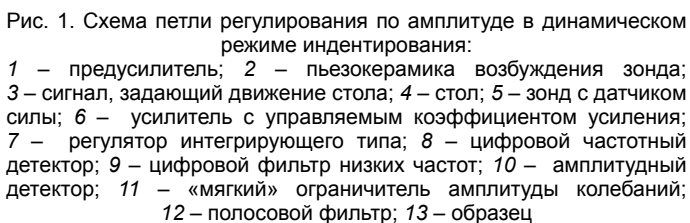
$$C_1 = (\gamma A^2 / \pi) \left[(1 - r^2)^{1/2} - (1 - r^2)^{3/2} / 3 - r \arccos r \right]; \quad r = h / A.$$

С учётом C_1 сдвиг $\Delta\omega$ частоты колебаний в зависимости от глубины контакта выражается в виде

$$\Delta\omega(r) = C_1(r) / (2k). \quad (4)$$

Если представить глубину проникновения иглы в образец (глубину контакта) как $z_k = A - h = A(1 - r)$, то выражение (4) при

Для измерений сдвига частоты в зависимости от глубины контакта необходимо обеспечить постоянство амплитуды колебаний прибора, что реализуется петлёй регулирования (рис. 1). Петля регулирования включает автоколебательную схему возбуждения зонда 5 с резонансной характеристикой. Для обеспечения гармонических колебаний на основной частоте автогенераторная схема содержит также низкочастотный полосовой фильтр 12 и ограничитель 11 с «мягкой» передаточной характеристикой. Сигнал возбуждения зонда поступает на пьезокерамический преобразователь внутри измерительной головки. Амплитуда сигнала возбуждения обуславливает амплитуду колебаний балочного зонда. При взаимодействии с образцом амплитуда колебаний зонда начинает падать. Петля регулирования через амплитудный детектор 10 обеспечивает отрицательную обратную связь по амплитуде колебаний зонда и поддерживает её постоянной около 100–800 нм в диапазоне регулирования за счёт изменения коэффициента усиления регулируемого усилителя 6. Регулятор 7 схемы управления определяет



Для оценки преимущества измерения силы взаимодействия по сигналу частотного детектора 8 по сравнению с сигналом ёмкостного датчика рассмотрим начальный участок характеристики нагружения, полученный, например, на плавном кварце (рис. 2). В сигнале ёмкостного датчика силы вместе с широкополосной составляющей шума присутствует низкочастотный дрейф, который может быть связан как с внешними тепловыми или механическими (акустическими, сейсмическими) помехами, так и с электромагнитной наводкой и низкочастотным фликкер-шумом измерительной схемы. Амплитуда низкочастотного дрейфа заметно больше белого шума, спектральная плотность которого начинает доминировать только выше 1кГц. Сигнал частотного детектора (см. рис. 2, б) не содержит дрейфовой составляющей. При индентировании это свойство важно для установления точки начала контакта, погрешность измерения которой достигает 1–2 нм.

17

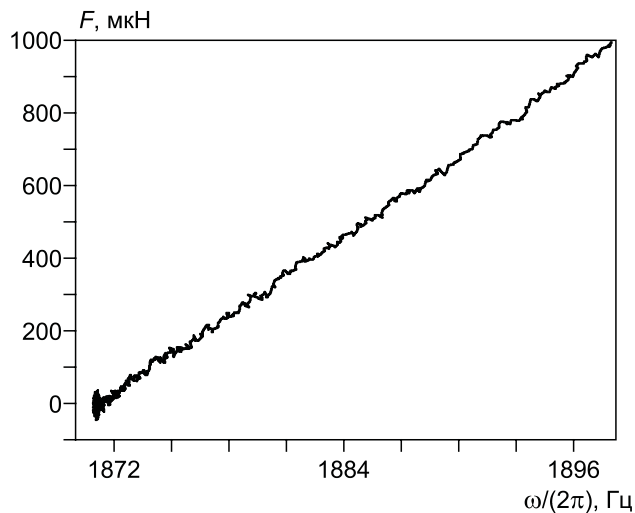


Рис. 3. Зависимость сигналов датчика силы и частотного детектора при нагружении в режиме обратной связи по амплитуде

частотного детектора соответствует

$$f_r / N - f_r / (N+1) \approx f_r / N^2 = f_0^2 / f_r = 0,019 \text{ Гц} ; N = f_r / f_0 . \quad (5)$$

Чтобы оценить чувствительность по силе, можно рассмотреть в целом диаграмму нагружения до 1000 мкН по сигналам датчика силы и частотного детектора. Подобная диаграмма строится для случая контактного взаимодействия наконечника индентора с образцом при равномерном движении стола в сторону образца.

Законы изменений контактной силы взаимодействия и сдвига резонансной частоты в зависимости от глубины контакта весьма близки, что можно было ожидать исходя из выражений (1), (4). Взаимозависимость указанных сигналов при данных условиях нагружения близка к линейной (рис. 3). Коэффициент пропорциональности линейной зависимости сигнала датчика силы от сигнала частотного детектора численно равен $\xi = 35 \text{ мкН/Гц}$, является характеристикой данного зонда и не зависит от материала исследуемого образца. С учётом выражения (5) и значения коэффициента ξ разрешение по силе в один значащий разряд для сигнала частотного детектора составляет 650 нН. Применение фильтрации и децимации выходного сигнала частотного детектора позволяет улучшить разрешение по силе ещё на два цифровых разряда. Следует ещё раз отметить, что указанное разрешение по силе, а также погрешность измерения начала контакта – нулевой точки получены при отсутствии специальных условий термо- и виброизоляции, как правило соблюдаемых при инструментальном индентировании [2].

Методика расчёта твёрдости при динамическом индентировании во многом совпадает с традиционным методом инструментального индентирования Оливера–Фарра [1], взятого за основу в стандарте [2], и состоит из нескольких этапов:

по наклону кривой разгрузки, но в координатах $\Delta f(z)$ вычисляется контактная жёсткость;

по известной глубине вдавливания, максимальной нагрузке и контактной жёсткости рассчитывается глубина контакта с учётом формы индентора;

по глубине контакта вычисляется площадь проекции контакта и твёрдость.

Испытательный цикл происходил с постоянной скоростью перемещения наконечника. Для сравнительной оценки были проведены измерения с плавленым кварцем, использованным в качестве калибровочного материала, с модулем Юнга $E = 69 \text{ ГПа}$ и твёрдостью индентирования $H = 9,9 \text{ ГПа}$, а также с поликарбонатом. В обоих случаях диапазон максимальных нагрузок составлял 50–400 мкН. Для плавленого кварца глубина вдавливания при этом составляла не более 170 нм, для поликарбоната достигала 1,4 мкм. В результате рассчитали модуль упругости для поликарбоната $E = 3,3 \text{ ГПа}$ и твёрдость $H = 0,21 \text{ ГПа}$, что соответствует значениям, полученным другими методами [15].

Таким образом, показана возможность индентирования в наномасштабе в режиме автоколебаний зонда на частоте собственного резонанса. Представлены модель контактного взаимодействия индентора с образцом в указанном режиме и схема петли регулирования для используемой измерительной головки при динамическом индентировании. Получены и экспериментально подтверждены линейные зависимости сдвига частоты резонанса зонда и силы контактного взаимодействия. Измерение силы контактного взаимодействия по сигналу сдвига частоты резонанса позволяет измерять твёрдость и другие механические параметры материалов в диапазоне максимальных нагрузок от десяти до нескольких сотен микроныютонов при значительно сниженных требованиях к вибро- и термоизоляции.

Л и т е р а т у р а

1. 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. V. 19. No. 1. P. 3–20.
2. ГОСТ Р 8.748-2011. Измерение твёрдости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании.
3. Головин Ю. И. Наноиндентирование и механические свойства твердых тел в субмикрообъемах, тонких приповерхностных слоях и плёнках (Обзор) // Физика твёрдого тела. 2008. Т. 50. Вып. 12. С. 2113–2142.
4. Asif S. A. S., Whal K. J., Colton R. J., Warren O. L. Quantitative imaging of nanoscale mechanical properties using hybrid nanoindentation and force modulation // J. Appl. Phys. 2001. V. 90. P. 1192.
5. Giessibl F. J., Piemeier F., Eguchi T., An T., Hasegawa Yu. Comparison of force sensors for atomic force microscopy based on quartz tuning forks and length-extensional resonators // Phys. Rev. 2011. V. B 84. P. 125409.
6. Ooe H., Fujii M., Tomitori M., Arai T. Evaluation and optimization of quartz resonant-frequency retuned fork force sensors with high Q factors, and the associated electric circuits, for non-contact atomic force microscopy // Rev. Sci. Instrum. 2016. V. 87. P. 023702. doi: 10.1063/1.4941065.
7. Sidney R. Cohen, Estelle Kalfon-Cohen. Dynamic nanoindentation by instrumented nanoindentation and force microscopy: A comparative review // Beilstein J. Nanotechnol. 2013. V. 4. P. 815–833. doi:10.3762/bjnano.4.93.
8. Sader J. E., Jarvis S. P. Accurate formulas for interac-

tion force and energy in frequency modulation force spectroscopy // Appl. Phys. Lett. 2004. V. 84. No.10. P. 1801–1803. doi:10.1063/1.1667267.

9. Гоголинский К. В., Решетов В. Н., Усеинов А. С. Измерение твердости в субмикронном и нанометровом диапазонах линейных размеров // Мир измерений. 2010. № 8. С. 41–47.

10. Meshtcheryakov V. V., Meshtcheryakov A. V. Scan speed control for tapping mode SPM // Nanoscale Res. Lett. 2012. V. 7. No. 1. P. 121–125.

11. Сивухин Д. В. Общий курс физики. Учеб. пособие: для вузов. В 5 т. Т. I. Механика. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2005.

12. Крылов Н. М., Боголюбов Н. Н. Введение в нели-

нейную механику. Москва, Ижевск: НИЦ «Регулярная и хаотическая динамика», 2004.

13. Бесекерский В. А., Попов Е. И. Теория систем автоматического управления. СПб.: Изд-во «Профессия», 2003.

14. Масленников В. В., Мещеряков В. В., Довгополая Е. А. Метод анализа САР, описываемых математической моделью с кубическим характеристическим уравнением // Автоматика и Телемеханика. 2016. № 12. С. 59–69.

15. Pal Jen Wei, Jen Fin Lin. Modified method for continuous stiffness measurement // J. Mater. Res. 2009. V. 24. No. 3. P. 599–606.

Дата принятия: 23.03.2017.

ЛИНЕЙНЫЕ И УГЛОВЫЕ ИЗМЕРЕНИЯ

531.717.8

Исследование погрешности фильтрации текстуры поверхности пространственным фильтром Гаусса

В. В. ПОРОШИН¹, Д. Ю. БОГОМОЛОВ¹, В. Г. ЛЫСЕНКО²

¹Московский политехнический университет, Москва, Россия, e-mail: bogom-ov@mail.ru

²Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы, Москва, Россия, e-mail: Lysenko@vniims.ru

Проанализированы погрешности пространственной фильтрации текстуры поверхности с помощью фильтра Гаусса. Использована композиционная модель при математическом описании текстуры поверхности. Получена аналитическая зависимость погрешности фильтра Гаусса. Исследованы погрешности при фильтрации синусоидальной волны и наклона поверхности.

Ключевые слова: текстура поверхности, трёхмерная оценка, пространственный фильтр Гаусса, погрешность фильтрации.

The errors of areal filtering of surface texture using Gaussian filter were analyzed. Surface texture was defined by the composition mathematical model. The analytic expression for dependence of filtering error of areal Gaussian filter has been derived. The filtering errors obtained during the sinusoidal wave suppression and the linear surface inclination suppression were investigated.

Key words: surface texture, 3D-measurement assesment, areal Gaussian filter, filtering error.

Непрерывно возрастающие требования к точности измерений текстуры поверхности, а также развитие возможностей современного измерительного оборудования обуславливает постепенную замену двухмерного профильного подхода к оценке текстуры поверхности на трёхмерный [1, 2]. Толчком к стремительной активизации данного перехода послужила публикация в 2012 г. международного стандарта в области 3D-метрии текстуры поверхности [3]. Поскольку данный стандарт предусматривает трёхмерную пространственную фильтрацию текстуры поверхности, в комитете ISO началась разработка серии новых стан-

дартов. В настоящее время приняты стандарты [4–7]. В связи с появлением новых стандартов становится актуальным изучение метрологических свойств трёхмерных параметров текстуры поверхности и методов пространственной фильтрации.

Настоящее исследование направлено на внедрение новых средств 3D-метрии текстуры поверхности в части пространственной фильтрации высокоточных составляющих обнаруженных неровностей.

Оценка погрешности линейного цифрового фильтра. Текстура поверхности S в соответствии с композиционной моделью представляет алгебраиче-